



Université Mohamed Khider de Biskra  
Faculté des Sciences Exactes et des Sciences de la Nature et de la Vie  
Département des Sciences de la Matière

# MÉMOIRE DE MASTER

Domaine des Sciences de la Matière  
Filière de Physique  
Spécialité Physique énergétique et énergies renouvelables

---

Présenté et soutenu par :  
**Bouaiche Imane & Farhat Wided**

Le : 25-09-2020

## Génération de lumière laser dans les verres $\text{Sb}_2\text{O}_3$

---

### Jury :

S. Hachani	M.C.B	Université Med Khider- Biskra	<i>Président</i>
M.T. Soltani	Pr	Université Med Khider-Biskra	<i>Rapporteur</i>
M. Hamzaoui	M.C.A	Université Med Khider-Biskra	<i>Examineur</i>

Année universitaire : 2019/2020

# ***Dédicace***

**A ...**

***Nos parents « Ahmed et Naima », « Fayçal et Nadia »***

***Que dieu les protège***

***Nos frères et sœurs ...***

***Famille Bouaiche et Farhat***

***À tous ceux qui sont chers.***

***Wided , Imen ...***

## **Remerciement**

Nous sommes très reconnaissantes à monsieur **Soltani Mohamed Toufik** professeur à l'université de Biskra, pour son encouragement et d'avoir accepté l'encadrement de ce mémoire. Son aide et ses conseils ont été précieux pour finaliser ce travail.

Nous remercions Madame **Hachani souad** docteur à l'université de Biskra  
Qui a bien voulu accepter de présider le jury et d'examiner notre travail.

Nous remercions Madame **Hamzaoui Majda** docteur à l'université de Biskra ,  
qui a bien voulu accepter de faire partie du jury et d'examiner notre travail.

Nous adressons nos sincères remerciements à nos proches pour leurs encouragements et pour leur soutien et leur présence à nos côtés. Sans oublier nos collègues dans le domaine de la recherche et durant les années d'étude , nous tenons à les remercier vivement.

## SOMMAIRE

<b><u>INTRODUCTION GENERALE</u></b>	<b><u>1</u></b>
<b><u>CHAPITRE I (généralités sur les verres)</u></b>	
<u>I.1 Le verre</u>	<u>4</u>
<u>I.1.1 Définition du verre</u>	<u>4</u>
<u>I.1.2 Élaboration de verre</u>	<u>4</u>
<u>I.1.3 La transition vitreuse</u>	<u>5</u>
<u>I.1.4 Les grandes familles de verres</u>	<u>6</u>
<u>I.1.4.1 Les verres d'oxydes</u>	<u>6</u>
<u>I.1.4.2 Les verres de chalcogénures</u>	<u>6</u>
<u>I.1.4.3 Les verres d'halogénures</u>	<u>7</u>
<u>I.1.4.4 Les verres fluorés</u>	<u>7</u>
<u>I.1.4.5 Les verres métalliques</u>	<u>8</u>
<u>I.2. les verres d'oxyde d'antimoine</u>	<u>9</u>
<u>I.2.1 Rappel historique</u>	<u>9</u>
<u>I.2.2 La structure d'oxyde d'antimoine</u>	<u>9</u>
<u>I.2.3 Intérêt des verres de Sb<sub>2</sub>O<sub>3</sub></u>	<u>10</u>
<u>I.2.4 Les propriétés physiques</u>	<u>10</u>
<u>I.3. Qu'est que les terres rares</u>	<u>11</u>
<u>I.3.1 Caractéristiques des terres rares</u>	<u>12</u>
<u>I.3.2 Les propriétés optiques</u>	<u>12</u>
<u>Bibliographie</u>	<u>14</u>

## **CHAPITRE II (Synthèse de verre et techniques expérimentaux)**

<u>II.1 Synthèse des verres</u>	<u>16</u>
<u>II.1.1 Introduction</u>	<u>16</u>
<u>II.1.2 Produits de départ</u>	<u>16</u>
<u>II.1.3 Choix du creuset</u>	<u>17</u>
<u>II.1.4 Synthèse de verre</u>	<u>17</u>
+ <u>Traitement thermique de la poudre</u>	<u>18</u>
+ <u>La fusion de verre</u>	<u>18</u>
+ <u>Le coulage de verre</u>	<u>19</u>
+ <u>Recuit de verre</u>	<u>20</u>
+ <u>Polissage de verre de verre</u>	<u>20</u>
<u>II.1.5 Les méthodes de caractérisation du verre</u>	<u>21</u>
<u>II.1.5.1 Calorimétrie Différentielle à Balayage (DSC)</u>	<u>23</u>
<u>II.5.2 la spectroscopie infrarouge</u>	<u>24</u>
<u>II.1.5.3 La spectroscopie (UV-VISIBLE)</u>	<u>26</u>
<u>II.1.5.4 Mesure de photoluminescence</u>	<u>27</u>
<u>II.1.5.5 Mesure de densité</u>	<u>28</u>
<u>Bibliographie</u>	<u>30</u>

## **CHAPITRE III (Résultats et discussion)**

<u>Introduction</u>	<u>31</u>
<u>III.1 Rappel sur les Laser</u>	<u>31</u>
<u>III.1.1 Interaction du rayonnement avec les ions terres rares</u>	<u>32</u>
<u>Absorption</u>	<u>32</u>
<u>Emission stimulée</u>	<u>32</u>
<u>Emission spontanée</u>	<u>32</u>

La durée de vie	33
III.2 Résultats et discussions	33
III.2.1 Le dysprosium	33
III.2.2 Préparation des échantillons	34
III.3 Analyse thermique (DSC)	34
III.4 Analyse optique	35
III.4.1 Spectroscopie d'absorption UV-Visible	35
III.4.2 Résultats de Luminescence	36
❖ Spectre d'excitation	36
❖ Spectre d'émissions	39
III.4.3 Le processus 'd'Up-Conversion'	41
❖ Rappel du processus d'Up-Conversion	41
❖ Spectre d'excitation en Up-Conversion	42
❖ Spectre d'émission en Up-Conversion	42
III.4.4 La durée de vie	42
❖ Coordonnées de chromaticité	45
Conclusion	46
Bibliographie	47

## Introduction générale

Depuis plusieurs centaines de milliers d'années le verre existe déjà naturellement. L'homme l'utilisa pour la première fois il y a environ 100 000 ans sous forme d'obsidienne (verre naturel d'origine éruptive), pour fabriquer des outils, des armes coupantes et des bijoux. Actuellement le verre est utilisé essentiellement en optique pour ses propriétés et également utilisé en chimie, en agroalimentaire, en construction ainsi qu'en confinement de déchets nucléaires. Il présente une stabilité chimique et mécanique élevée, une atténuation modérée dans le visible et le proche infrarouge ainsi qu'un indice de réfraction qui peut être facilement modifié. [1]

Le verre est un solide transparent, sensible aux chocs et aux rayures. Il est électriquement neutre. Cette matière peut sembler banale, mais elle est en réalité complexe.

Les verres d'oxyde lourds se caractérisent par un indice de réfraction plus élevé que les verres ordinaires et leur fenêtre optique s'étend du visible jusqu'à l'infrarouge. Récemment, les recherches se sont tournées vers l'étude des verres à base d'oxyde d'antimoine  $Sb_2O_3$  qui a été prédit par Zachariasen.

L'amplification optique, basée sur la photoluminescence des ions des terres rares, ces derniers trouvent une place primordiale dans les fibres des amplificateurs destinés aux télécommunications, l'émission laser, la fabrication des écrans LCD, le stockage de l'image, les lecteurs code-barre, la communication par satellite et les détecteurs des particules à hautes énergies. [2,3]

Ce travail de recherche a pour destination principale le développement d'un matériau vitreux à base d'oxyde d'antimoine pour utilisation comme laser émettant de lumière blanche et comme amplificateur optique.

Le mémoire est composé de trois chapitres :

- ✚ Au premier chapitre, nous donnerons quelques généralités sur les verres en général, en rappelant la définition et leur classification. Une partie de ce chapitre est réservée à une vue sur l'oxyde d'antimoine et les terres rares.

- ✚ le second chapitre nous présentons la description des différentes techniques expérimentales qui ont été utilisées pour de synthèse des verres et les différentes méthodes de caractérisation des verres.
- ✚ Le troisième et dernier chapitre rassemble les résultats des mesures et leurs interprétations.

## *Bibliographie*

- ✚ [1] B.Tioua, thèse de l'université de Biskra ,(2019).
- ✚ [2] G. Lakshminarayana, J. Qiu, M.G. Brik, I.V. Kityk, J. Phys. Condens. Matter 20 (2008) 335106 (11 pp.).
- ✚ [3] V.V.R.K. Kumar, A.K. Bhatnagar, R. Jagannathan, J. Phys. D.: Appl. Phys. 34 (2001) 1563–1568.

---

# CHAPITRE I

Généralités sur les verres

---

## **I.1. Le verre :**

Le verre fait partie de notre vie quotidienne. Ses applications innombrables, sont en perpétuelle évolution. Il est tellement présent autour de nous qu'on ne le remarque pas. Le verre est probablement la matière synthétique la plus ancienne de l'humanité [1]. Le premier verre a été découvert il y a environ 5000 ans avant Jésus-Christ [2].

### **I.1.1 Définition de verre :**

Le mot verre peut prendre des significations variées. Si dans le langage courant ce terme sert à désigner un matériau fragile et transparent, bien connu depuis l'antiquité (ainsi que certains objets faits avec ce matériau) dans le langage scientifique sa portée est plus vaste mais aussi plus difficile de la définir avec précision et sujette à évolution [3]. Le verre est un matériau non cristallin, amorphe aux rayons X. A la différence d'un matériau cristallin, C'est un corps solide formé de façon continue et réversible à partir d'un liquide sans variation brutale de volume et d'enthalpie [4].

Zarzycki donne donc la définition suivante d'un verre : " le verre est un solide non cristallin présentant le phénomène de transition vitreuse. L'état physique correspondant est appelé état vitreux "[5].

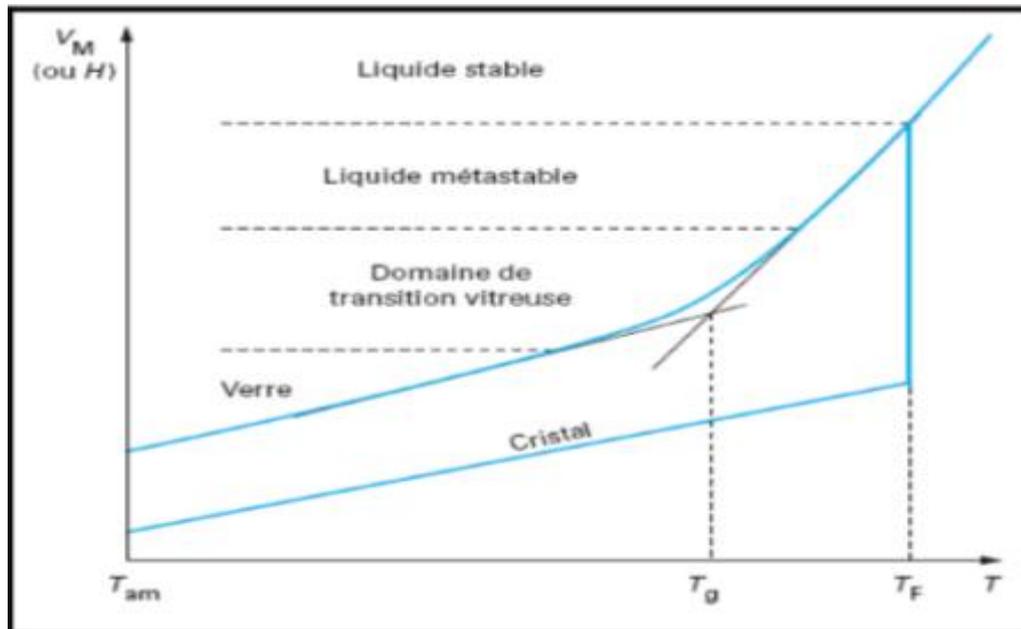
### **I.1.2 Élaboration de verre : [6]**

On peut obtenir le verre par trois voies différentes :

- 1- A partir d'une phase gazeuse par la condensation du gaz (vapeur) qui donne du verre sous forme de couches minces, cette méthode est applicable aux métaux Si, Ge et les alliages métalliques.
- 2- A partir d'une phase solide par la déformation de la structure cristalline sous l'effet du rayonnement ou des actions mécaniques.
- 3- A partir d'une phase liquide, cette technique est la plus employée dans la synthèse du verre ; elle est basée sur de fondre les matériaux principaux jusqu'à l'obtention d'un liquide surfondu qu'il suit par un refroidissement très rapide (vitesse de refroidissement suffisamment rapide) pour éviter la recristallisation.

### I.1.3 La transition vitreuse :

Le phénomène de la transition vitreuse est bien illustré par l'évolution d'un variable thermodynamique tel que le volume spécifique  $V$  en fonction de la température  $T$  (Figure I-1). En partant d'un liquide aux températures élevées, lors de refroidissement le volume  $V$  décroît ; lorsqu'on atteint le point de solidification ( $T_F$ ) deux phénomènes peuvent se produire : pour un refroidissement de durée infinie le liquide sera cristallisé dont le volume spécifique  $V$  se contracte (une discontinuité survient) et devient plus faible que celle de liquide surfondu cet état décrit par la pente de la courbe étant toutefois inférieure à celle de liquide initial (environ 1/3). Dans le deuxième cas si le refroidissement est continu et rapide le liquide peut se trouver dans un état de surfusion thermodynamiquement métastable dans un domaine de température inférieure à la température de fusion ce cas est indiqué par une portion de courbe prolongeant celle du liquide. Après le passage de ce domaine le liquide va progressivement se figer pour donner naissance d'un verre à température ambiante cet état correspond à une courbe de refroidissement qui correspond à la température de transition vitreuse ; cette courbe diminue pour devenir voisine de celle du solide cristallin correspondant [6].



**Figure I.1 :** Variation thermique du volume spécifique  $V$  ( $H$ ) en fonction de la température  $T$  ; définition des températures caractéristiques [7].

$T_g$  : température de transition vitreuse.

$T_F$  : température de fusion.

## I.1.4 Les grandes familles de verres :

### I.1.4.1 Les verres d'oxydes :

Les oxydes  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{GeO}_2$ ,  $\text{B}_2\text{O}_3$ ,  $\text{P}_2\text{O}_5$ , et  $\text{As}_2\text{O}_3$  peuvent former des verres seuls ou en association avec un ou plusieurs autres oxydes. Ils sont appelés couramment les verres traditionnels. Ces verres constituent la plus grande famille de verres industriels. Ils se caractérisent par d'excellentes propriétés thermomécaniques et une bonne durabilité chimique [1].

Il peut être intéressant de remplacer les formateurs à base d'oxydes «légers» tel que  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{B}_2\text{O}_3$ ,  $\text{P}_2\text{O}_5$ , Par des oxydes «lourds» tel que  $\text{Sb}_2\text{O}_3$  [8].

Ce sont des verres qui possèdent un indice de réfraction plus élevé et transmettent plus loin, jusqu'à  $6-7 \mu\text{m}$  [8]. Les verres d'oxydes lourds sont utilisés comme source laser ou comme amplificateur optique [9].

Zachariasen définit essentiellement trois classes d'oxydes : [1]

- **Les formateurs de réseau** : capables de former un verre à eux seuls ( $\text{SiO}_2$ ,  $\text{B}_2\text{O}_3$ ,  $\text{GeO}_2$ ,  $\text{P}_2\text{O}_5$  et  $\text{As}_2\text{O}_3$ ).
- **Les modificateurs de réseau** : qui, par leur introduction, modifient le 'réseau formateur' et ses propriétés physiques. Il s'agit, principalement d'oxydes alcalins ( $\text{Na}_2\text{O}$ ,  $\text{Li}_2\text{O}$ ,  $\text{K}_2\text{O}$ ,  $\text{Cs}_2\text{O}$ ) ou alcalino-terreux ( $\text{CaO}$ ,  $\text{BaO}$ ,  $\text{MgO}$ ). Les cations à force de champ plus élevée, tels les métaux de transition ou les terres rares, dépolymérisent également le réseau vitreux.
- **Les intermédiaires** : qui, suivant la composition du verre, ont une fonction soit de formateur soit de modificateur ( $\text{ZnO}$ ,  $\text{PbO}$ ,  $\text{TiO}_2$ ).

### I.1.4.2 Les verres de chalcogénures :

Ces verres qui ne contiennent pas d'oxygène sont basés sur les éléments du groupe VI (S, Se, Te). Ces éléments forment des verres lorsqu'ils sont mélangés à un ou plusieurs éléments des groupes III (Ga, In), IV (Ge, Si), V (Sb, As) ou VII (F, Cl, Br ou I). Un grand nombre de systèmes vitreux à base d'éléments chalcogènes sont connus aujourd'hui, parmi lesquels nous pouvons citer : As-S, Ge-S, As-Se, Ge-Se, Ge-As-Se, Ge-PS, La-Ga-Ge-Se, Ge-Sb-Se, Ge-Se-Te, As- Ge-Se-Te, As-Se-T [10].

### Propriétés des verres chalcogénures :

- Densité élevée  $>5 \text{ g/cm}^3$ .
- température de fusion  $<600 \text{ }^\circ\text{C}$ .
- Propriétés mécaniques très bas.
- Bonne transmittance dans l'infrarouge jusqu'à  $30\mu\text{m}$ .
- Indice de réfraction élevé  $>2$  (leur indice de réfraction non linéaire peut être jusqu'à 500 fois plus élevé que celui de la silice).

Actuellement les verres de chalcogénures sont exploités pour fabriquer des éléments d'optique de caméras infrarouge et sous forme de fibres optiques, pour transférer le rayonnement du laser CO<sub>2</sub> et pour la spectroscopie infrarouge à distance [11]. Mais l'application la plus remarquable de cette transition concerne les DVD-RW (digital versatile disc-rewritable) [12].

#### I.1.4.3 Les verres d'halogénures :

C'est une grande famille de verres composée essentiellement des éléments halogènes tels que le chlore, le bromure, l'iodure ou le fluor. On connaît les verres chlorés comme : ZnCl<sub>2</sub>, BiCl<sub>3</sub>, CdCl<sub>3</sub>, ou d'autres verres halogénés comme : ZnBr<sub>2</sub>, PbI<sub>2</sub> [6]. Tous ces verres sont transparents dans l'infrarouge alors que leur application reste hypothétique [13].

#### I.1.4.4 Les verres fluorés :

En 1975, Marcel et Michel Poulain, chercheurs au laboratoire de chimie minérale de Renne 1 découvraient par hasard des verres fluorés [14]. Ces verres, principalement de base fluor/alumine ou fluor/zircone (verre ZBLAN de formule  $\text{ZrF}_4\text{-BaF}_2\text{-LaF}_3\text{-AlF}_3\text{-NaF}$ ) [3] ; remarquable par sa faible vitesse de refroidissement et sa très bonne stabilité thermique vis-à-vis de la dévitrification. Des dispositifs spéciaux dans le domaine médical et des fibres optiques ont été développés à partir de ces verres [11].

Les verres fluorés présentent un grand intérêt pour la réalisation de systèmes optiques. Ils sont en effet beaucoup plus transparents que la silice dans l'infra-rouge moyen [15] ; leur fenêtre de transmission s'étend jusqu'à  $6\text{-}7\mu\text{m}$ . Ainsi, du fait de leurs faibles énergies de phonons (environ de 500 à 600  $\text{cm}^{-1}$ ), les verres de fluorure sont de bons candidats pour la réalisation d'amplificateurs. Par exemple l'énergie de phonons trop élevée des verres d'oxydes et de la

silice (1100 cm) affecte fortement la probabilité d'émission de la transition à 1,3  $\mu\text{m}$  du praséodyme et ne peut plus permettre l'amplification. Leurs minima d'atténuation théorique sont également beaucoup plus faibles que celui de la silice et permettraient d'atteindre des pertes théoriques de l'ordre de 0,05 dB/km à 2,5-3 $\mu\text{m}$  [16].

### I.1.4.5 Les verres métalliques :

Les verres métalliques sont les matériaux du siècle présent, ils peuvent être subdivisés en deux classes : [17]

a. Alliages métal – métalloïde :

(M1M2...) 80(m1m2...) 20 où  $M_i$  est métal de transition : Au, Pd, Pt, Fe, Ni,

Mn et  $m_i$  un métalloïde : Si, Ge, P, C, B. Le rapport 80/20 est approximatif.

b. Alliages métal – métal :

Exemples : Mg<sub>65</sub>Cu<sub>35</sub>, Au<sub>55</sub>Cu<sub>45</sub>, Sn<sub>90</sub>Cu<sub>10</sub>, Zr<sub>72</sub>Co<sub>28</sub>, Zr<sub>50</sub>Cu<sub>50</sub>. [18]

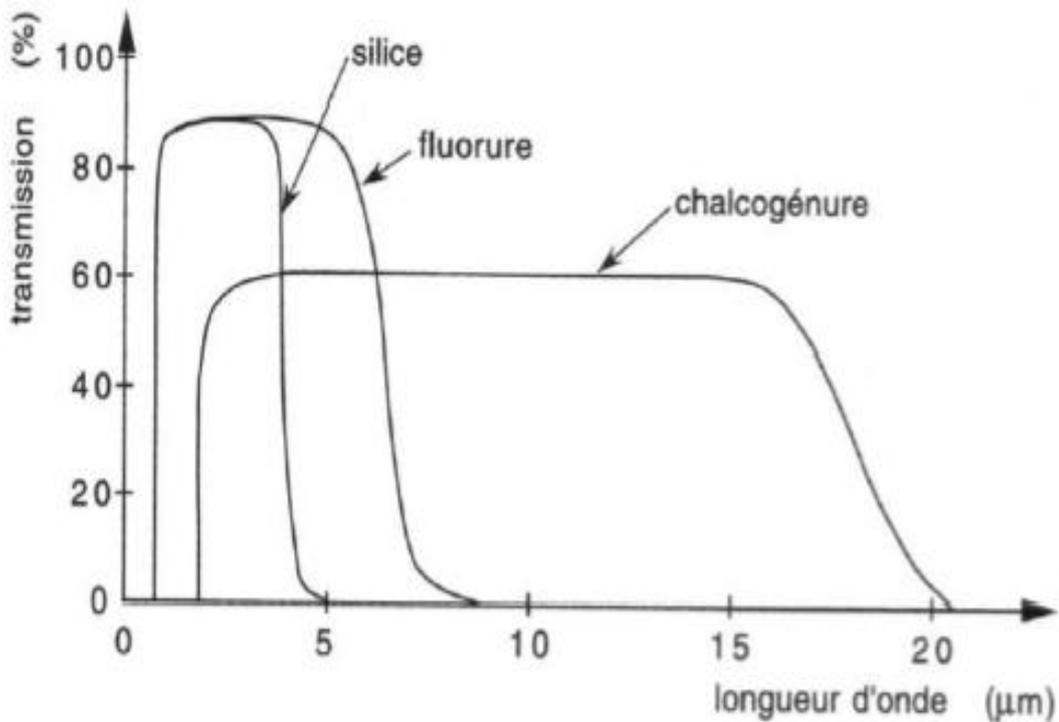


Figure I.2 : Domaine de transmission de différentes familles de verres [3].

## I.2 les verres d'oxyde d'antimoine :

### I.2.1 Rappel historique sur les verres d'oxyde d'antimoine :

L'oxyde d'antimoine  $Sb_2O_3$  a été considéré comme formateur de verre d'après Zacharizen en 1928 [18]. En 1939, Kordes fut le premier qui a pu obtenir des fragments de verre de  $Sb_2O_3$  par usage d'une hypertrempe d'un bain rapidement amené à la fusion [3]. En 1984, Dubois a étudié aussi des verres d'oxyde d'antimoine avec l'addition des divers halogénures [19]. Plusieurs systèmes furent mis en évidence : des systèmes binaires  $Sb_2O_3-RmX_n$  (avec R=cation monovalent ou divalent ; X=F, Cl, Br, ou I) [10].

Pr : Marcel Poulain et Michel Poulain avaient synthétisé des verres  $Sb_2O_3$  par différentes méthodes tels que :  $Sb_2O_3-CuI-Pb$  (Cl, Br ou I) [20].

Récemment Pr : M.T Soltani a présenté et étudié de nouveaux verres à base d'oxyde d'antimoine avec l'addition d'oxydes alcalins ou les oxydes alcalino-terreux et un troisième oxyde comme (ZnO, CdO,  $WO_3$ ,  $MoO_3$ , ou PbO) [18].

### I.2.2 La structure d'oxyde d'antimoine :

L'oxyde d'antimoine existe sous plusieurs formes comprenant le trioxyde d'antimoine ( $Sb_2O_3$ ), le peroxyde d'antimoine ( $Sb_2O_4$ ), et le pentoxyde d'antimoine ( $Sb_2O_5$ ) [17]. L'oxyde d'antimoine  $Sb_2O_3$ , existe sous deux variétés cristallines : la sénarmontite, variété cubique qui est stable jusqu'à  $570^\circ C$  ; et la valentinite, variété orthorhombique, qui est la phase de haute température avec un point de fusion de  $650^\circ C$  [21]. Ces deux structures sont schématisées sur la figure (I.3).

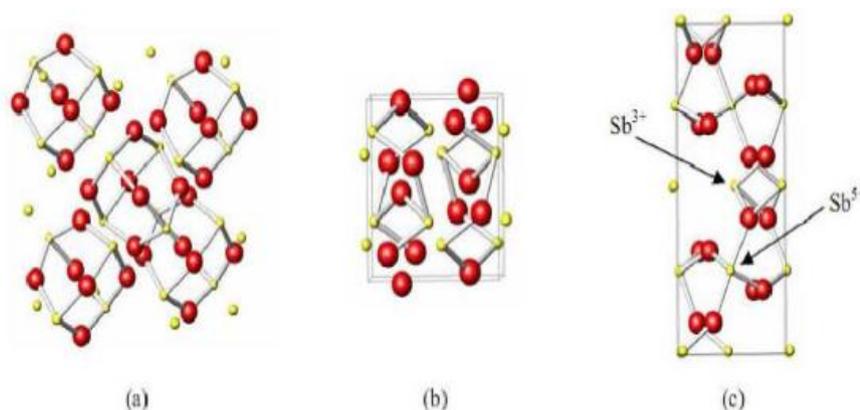


Figure I.3 : Les structures de (a) sénarmontite, (b) valentinite, et (c) cervantite [7].

La variété orthorhombique possède une structure en chaînes formées alternativement d'un atome d'antimoine et d'un atome d'oxygène. Ces chaînes sont pontées entre elles par des atomes d'oxygènes, situés entre deux atomes d'antimoine [13].

Par chauffage à l'air, l'oxyde d'antimoine  $Sb_2O_3$ , est partiellement oxydé en donnant un oxyde mixte  $Sb_2O_4$  qui peut être considéré comme un composé classique d'inter valence Sb (III,V) [7].  $Sb_2O_4$  se décompose au-delà de  $900^\circ C$  en redonnant  $Sb_2O_3$  plus de l'oxyde. Cet oxygène sert d'agitateur gazeux permettant d'éliminer les bulles présentes dans le bain fondu [13].

### **I.2.3 Intérêt des verres de $Sb_2O_3$ : [4]**

L'intérêt porté à la synthèse des verres d'oxyde d'antimoine réside essentiellement dans :

- 1- Température de synthèse au alentour de  $700-900^\circ C$ , suffisamment basse comparativement aux verres d'oxyde de silice ou les températures atteignent  $1700^\circ C$ .
- 2- Procédé de synthèse classique à l'air comparativement aux verres fluorés qui passe par plusieurs étapes et nécessite parfois l'utilisation de boites à gants.
- 3- Durabilité chimique et pas d'effet de toxicité comparativement à ses rivaux  $As_2O_3$  ou  $TeO_2$ .
- 4- Qualité optique optimale, puisque les verres de  $Sb_2O_3$  sont transmissibles jusqu'à  $8\mu m$  dans le spectre d'infrarouge et présentent des indices de réfraction supérieures à deux, ce qui laisse place à plusieurs applications.
- 5- Application comme matériaux actifs ou passifs : Laser, amplificateur.

### **I.2.4 Les propriétés physiques :**

Le trioxyde d'antimoine se présente sous la forme d'une poudre blanche très fine sans odeur. Il est insoluble dans les solvants organiques et très faiblement solubles dans l'eau ( $0,014$  g/l à  $30^\circ C$ ). Il se dissout dans les solutions acides et les bases fortes. Ses propriétés physiques sont : [18]

- a. Masse molaire : 291,52.
- b. Point de fusion :  $656^\circ C$  (en l'absence d'oxygène).

- c. Point d'ébullition : 1425 °C (la substance se sublime partiellement avant d'atteindre Cette température).
- d. Densité : 5,2 (cubique) ; 5,67 (orthorhombique).
- e. Tension de vapeur : 133 Pa à 574 °C.
- f. Densité de vapeur (air = 1) : 19,8 à 1 560 °C.

### I.3 Qu'est que les terres rares :

Dans la classification périodique des éléments, les atomes dont le numéro atomique est compris entre  $Z = 58$  et  $Z = 71$  :

Cérium, praséodyme, néodyme, prométhium, samarium, europium, gadolinium, terbium, dysprosium, holmium, erbium, thulium, ytterbium et lutétium (voir la figure I.4), occupent la même case que le lanthane ( $Z = 57$ ), et on les appelle les lanthanides. La configuration électronique des éléments terres rares (TR) (lanthanides) est caractérisée par  $[Xe] 4f^n 6s$ , où  $n$  varie de 1 à 14. Toutes les TR ont la même enveloppe externe de configuration  $5s^2 5p^2 6s^2$ . [1]

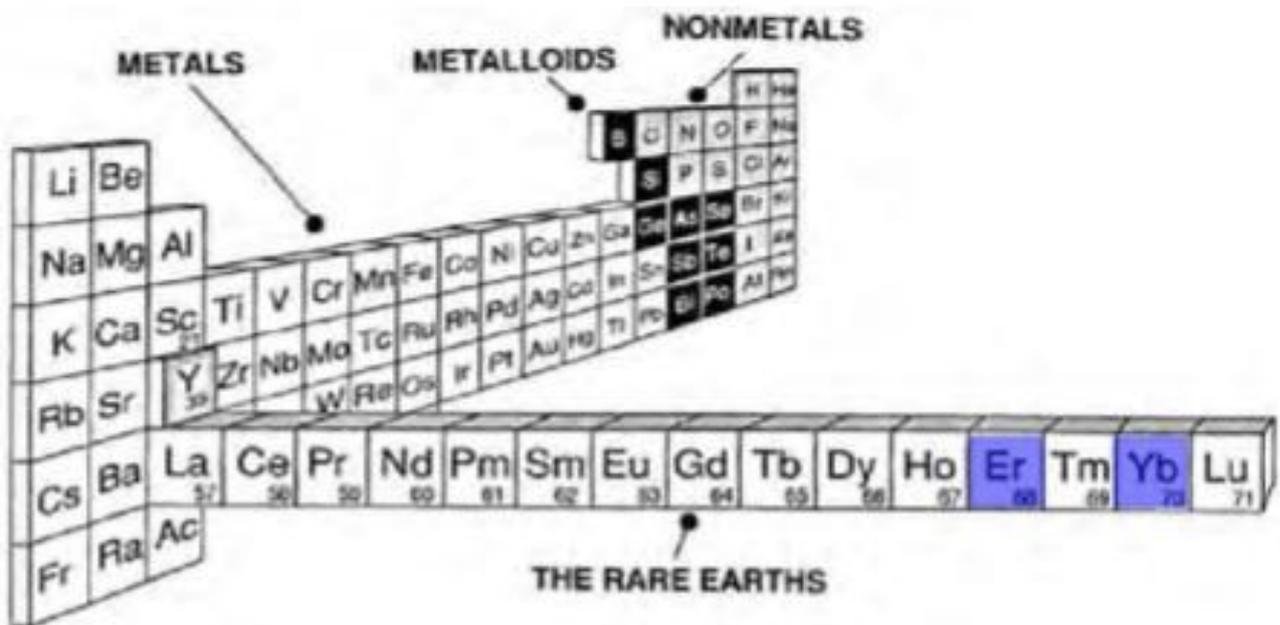


Figure I.4 : Tableau périodique des éléments [15].

Les configurations électroniques d'atomes et ions terres rares ainsi le niveau fondamental sont illustrés dans la Figure (I.5) ci-dessous.

### I.3.1 Caractéristiques des terres rares :

- a. En général, les terres rares sont des métaux blanc-argenté qui se ternissent lorsqu'ils sont exposés à l'air de la formation de leurs oxydes.
- b. Les terres rares sont des métaux relativement mous. Leur dureté augmente légèrement avec le plus grand nombre atomique.
- c. Le rayon de chaque ion de terre rare trivalent décroît progressivement lorsqu'on se déplace de gauche à droite au cours de la période ou son numéro atomique augmente. Ceci est connu sous le nom de « contraction de lanthanide ».
- d. Les terres rares possèdent des points de fusion et d'ébullition élevés et sont également très actifs.
- e. Réagissez avec de l'eau pour libérer de l'hydrogène ( $H_2$ ), lentement à froid et rapidement en chauffant. Les terres rares se lient généralement à l'eau. [17]

### I.3.2 Les propriétés optiques :

Les propriétés optiques qui rendent les ions de terres rares propices aux applications de dispositifs luminescents fascinant sont :

- ❖ Ils émettent des lignes étroites, presque monochromatique et ont une longue durée de vie.
- ❖ Les états électronique de la configuration au fondamentale  $4f^n$  fournissent une structure de niveau d'énergie optique complexe il existe donc de nombreux schémas laser possible à trois et quatre niveaux.
- ❖ Il existe plusieurs états excitables adaptés au pompage optique. ces états excités se déclins de manière non radiative en états métastables ayant une efficacité quantique radiative élevée. [17]

lanthanide	Configuration atomique	Configuration Ln+3	Degrés d'oxydation
Lanthane, La	[Xe] 5d <sup>1</sup> 6s <sup>2</sup>	[Xe]	3
Cérium, Ce	[Xe] 4f <sup>1</sup> 5d <sup>1</sup> 6s <sup>2</sup>	[Xe] 4f <sup>1</sup>	3-4
Praséodyme, Pr	[Xe] 4f <sup>3</sup> 5d <sup>0</sup> 6s <sup>2</sup>	[Xe] 4f <sup>2</sup>	3-4
Néodyme, Nd	[Xe] 4f <sup>4</sup> 5d <sup>0</sup> 6s <sup>2</sup>	[Xe] 4f <sup>3</sup>	2-3-4
Prométhium, Pm	[Xe] 4f <sup>5</sup> 5d <sup>0</sup> 6s <sup>2</sup>	[Xe] 4f <sup>4</sup>	2-3
Samarium, Sm	[Xe] 4f <sup>6</sup> 5d <sup>0</sup> 6s <sup>2</sup>	[Xe] 4f <sup>5</sup>	2-3
Europium, Eu	[Xe] 4f <sup>7</sup> 5d <sup>0</sup> 6s <sup>2</sup>	[Xe] 4f <sup>6</sup>	2-3
Gadolinium, Gd	[Xe] 4f <sup>7</sup> 5d <sup>1</sup> 6s <sup>2</sup>	[Xe] 4f <sup>7</sup>	3
Terbium, Tb	[Xe] 4f <sup>9</sup> 5d <sup>0</sup> 6s <sup>2</sup>	[Xe] 4f <sup>8</sup>	3-4
Dysprosium, Dy	[Xe] 4f <sup>10</sup> 5d <sup>0</sup> 6s <sup>2</sup>	[Xe] 4f <sup>9</sup>	2-3-4
Holmium, Ho	[Xe] 4f <sup>11</sup> 5d <sup>0</sup> 6s <sup>2</sup>	[Xe] 4f <sup>10</sup>	2-3
Erbium, Er	[Xe] 4f <sup>12</sup> 5d <sup>0</sup> 6s <sup>2</sup>	[Xe] 4f <sup>11</sup>	3
Thulium, Tm	[Xe] 4f <sup>13</sup> 5d <sup>0</sup> 6s <sup>2</sup>	[Xe] 4f <sup>12</sup>	2-3
Ytterbium, Yb	[Xe] 4f <sup>14</sup> 5d <sup>0</sup> 6s <sup>2</sup>	[Xe] 4f <sup>13</sup>	2-3
Lutétiem, Lu	[Xe] 4f <sup>14</sup> 5d <sup>1</sup> 6s <sup>2</sup>	[Xe] 4f <sup>14</sup>	3

Figure I.5 : La configuration électronique des lanthanides [22].

---

## *Bibliographie*

- [1] k .Ouannes , thèse de doctorat de l'université de Biskra .
- [2] R.W. Douglas & S. Frank, "A History of Glassmaking", Foulis & Co (Londres), (1972).
- [3] L. Beddiar , Mémoire de magister de l'université de Biskra, (2012).
- [4] M. T. Soltani, Thèse de l'université de Biskra, (2005).
- [5] J. Zarzycki, Les verre et l'état vitreux, Masson, Paris, (1982).
- [6] H. Guezzoun, Mémoire de magister de l'université de Biskra (2012).
- [7] Robin. G. O, Thèse, the university of Warwick , (2005).
- [8] B. Dubois, Thèse, Université de Bordeau I, (1984).
- [9] H. Touiri, Mémoire de magister de l'université de Biskra, (2012).
- [10] M. Hamzaoui, Thèse de l'université de Biskra, (2013).
- [11] M. Baazouzi, Thèse de l'université de Biskra, (2014).
- [12] J. Gonzalez-Hernandez, B.S.Chao, S.R. Ovshinsky, D. Pawlik & P. Gasiorski, Cristallization studies of Ge, Sb, Te Optical memory materials. Appl. Phys. Communications 11. 557-581, (1992).
- [13] L. Charef Khodja, Mémoire de magister de l'université de Biskra, (2010).
- [14] M. Poulain, M. Poulain, J. Lucas, J. Mat. Res. Bull, Vol 10, (1975), 243-246.
- [15] P.W.France, Fluoride glass optical Fibres, CRC Press Inc (1990).
- [16] Y.Jestin , Thèse L'Université du Maine, (2002).
- [17] B.Tioua, thèse de l'université de Biskra, (2019).
- [18] R.Oukacha, Mémoire de Master de l'université de Biskra, (2015).
- [19] B. Dubois, J. J. Videau, J. Portier, J. Non-Cryst. Solids 88 .355-365 (1986).
- [20] M. Poulain, XI Internat. Symposium on Non Oxyde and New Optical glasses, Sheffield, (1998).
- [21] S.A. Jones, J. Fenerty and J. Pearce, Thermochim. Acta 114, 61-66, (1987).
- [22] Y. Saidi, Mémoire de Licence de l'université de Saida, (2014).

---

# CHAPITRE II

**Synthèse de verre et techniques expérimentaux**

---

## **II.1 Synthèse des verres :**

### **II.1.1 Introduction :**

Ce chapitre est consacré essentiellement à la description du travail expérimental effectué dans ce mémoire, Au premier lieu nous donnant une description de la méthode de synthèse et d'élaboration des échantillons vitreux dopé et non dopé par ions  $Dy^{+3}$ . Ainsi que les principales techniques expérimentales de caractérisation utilisées :

- DSC.
- Absorption dans L'UV-Vis.
- Spectroscopie vibrationnelle FTIR.
- Photoluminescence.

### **II.1.2 Produits de départ :**

Les produits chimiques de départ utilisés pour la synthèse de nos verres sont, pour l'essentiel, des produits commerciaux en poudre très pur, l'oxyde d'antimoine  $Sb_2O_3$ , carbonate de sodium  $Na_2CO_3$ , l'oxyde de zinc  $ZnO$ , l'oxyde de plomb  $PbO$ , l'oxyde de tungstène  $WO_3$  et l'oxyde de Molybdène  $MoO_3$ . Ils proviennent de chez Acros, Biochem ou Fluka, ils sont rassemblés dans le tableau II.1.

**Tableau II.1 :** Caractéristiques physicochimique des produits de départ.

<b>Produit de départ</b>	<b>Masse molaire (g/mol)</b>	<b>Température de fusion (°C)</b>
$Sb_2O_3$	291.42	656
$Na_2O_3$	105.97	851
$WO_3$	231.85	1473
$PbO$	207.21	888
$ZnO$	81.38	1975
$MoO_3$	143.94	795
$Dy_2O_3$	373	1407

### **II.1.3 Choix du creuset :**

Le choix du creuset dépend de la nature des composés utilisés et de leur température de fusion, ainsi que des réactions qui se produisent entre le creuset et les matériaux utilisés. La synthèse des verres d'oxyde d'antimoine est effectuée dans ce type de creuset :

- **Creuset en sodocalcique :**

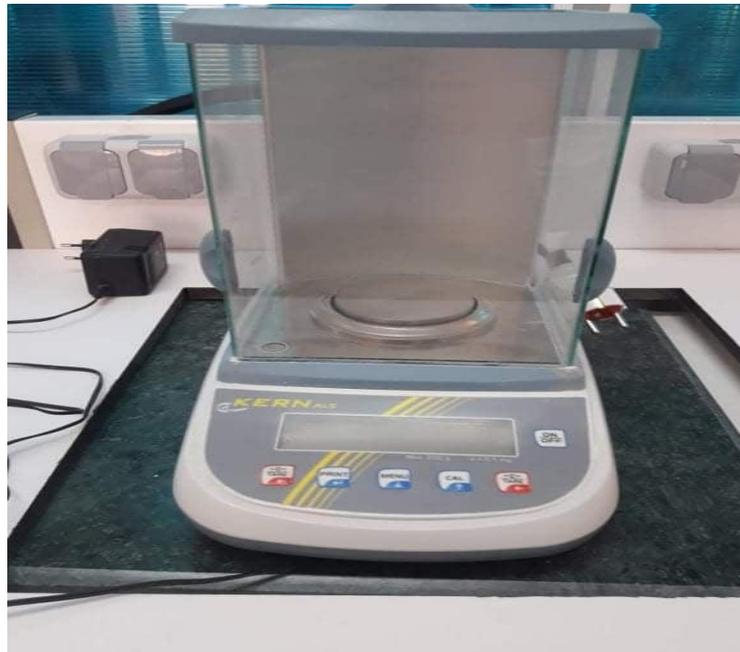
La température de ramollissement de ce creuset est voisine de 800°C.

- **Creuset en silice :**

Peuvent résister à température de fusion supérieure à 1200°C.

### **II.1.4 Synthèse de verre :**

La masse du verre à élaborer est de 5g. L'oxyde d'antimoine et les autres oxyde sont pesés selon les compositions choisies à l'aide d'une balance de type Kern et d'une précision  $10^{-4}$ g (figure II.1). Le mélange est mis directement dans les creusets sodocalcique ou silice, les composés alcalins ajoutés (oxyde de sodium  $\text{Na}_2\text{O}$ ) sont sous forme de carbonate ( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ) qui donnera lieu après fusion à  $\text{Na}_2\text{O}$  par libération de  $\text{CO}_2$ .



**Figure II.1 :** Balance de précision de type Kern.

- **Traitement thermique de la poudre :**

C'est une étape plus importante dans la synthèse, nous le faisons avant la fusion des verres, on sèche la poudre dans un four à 250°C pendant 5 heures pour dégazer le CO<sub>2</sub> et H<sub>2</sub>O et pour faciliter la fusion de verre et évitez l'apparence des bandes d'absorption de OH et CO<sub>2</sub>.



**Figure II.2 :** Traitement thermique de la poudre.

- **La fusion de verre :**

La synthèse se fait sur un bec bunsen (figure II.3) qui peut monter à environ de 950 °C, pendant 5 jusqu'à 10 minutes en air, le dégagement de CO<sub>2</sub> est visible à travers les parois du tube de verre sous forme de barbotage. L'agitation du creuset permet l'homogénéisation du fondu et le dégagement des bulles d'air visibles et dissolution de toute la poudre présente sur les bords du creuset. Le fondu est ensuite coulé sur une plaque de laiton.



**Figure II.3 :** Bec bunsen de fusion.

- **Le coulage de verre :**

La masse fondue est coulé sur un disque en laiton préalablement chauffée à température voisinant la température ( $T_g - 10^\circ\text{C}$ ) se solidifie rapidement pour former un disque circulaire d'échantillon de verre transparent.



**Figure II.4 :** Les moules de coulage.

- **Recuit du verre :**

Les verres obtenus sont recuits à une température proche de la température  $T_g$  pendant 4 heures de maintien dans un four de type Nabertherm, pour relaxer les contraintes thermiques infligées aux matériaux lors de la trempe, suivis d'un refroidissement très lent jusqu'à l'ambiante pendant des heures. La durée et la température de recuit sont choisies en fonction de la composition de base du mélange de départ.



**Figure II.5 :** Four Nabertherm.

- **Polissage des verres :**

Le polissage est une technique nécessaire pour donner la forme et l'épaisseur convenable pour les mesures optiques à l'aide d'une polisseuse de type Minitch 233 figure (II.5), en utilisant des papiers abrasifs dans la gamme (400, 800,1200). L'état des surface est suivi par des vues au microscope binoculaire à un agrandissement  $< 1000$ .



**Figure II.6 :** polisseuse Minitech 233.

## **II.1.5 Les méthodes de caractérisation du verre :**

### **II.1.5.1 Calorimétrie Différentielle à Balayage (DSC) :**

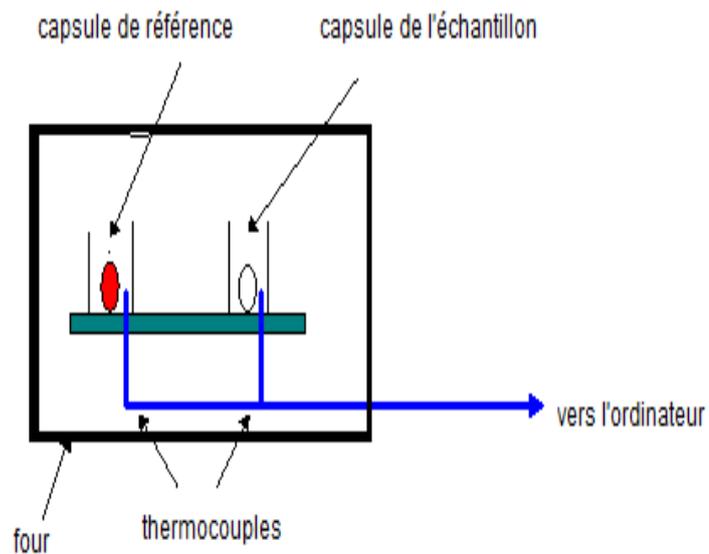
La calorimétrie différentielle à balayage (DSC) est la technique de mesure la plus populaire pour caractériser ou comparer des matériaux et détecter les transitions endothermiques et exothermiques donc déterminée Les caractéristiques thermiques telles que les températures de transition vitreux les températures de cristallisation et les températures de fusion de nos échantillons de verres. Cette technique est basée sur le principe de mesurer le flux thermique pour que la température de l'échantillon augmente d'une façon régulière. (vitesse de chauffe =10°C) ; ce flux thermique est directement proportionnel à la capacité calorifique du verre  $C_p$  à une température donnée.

L'appareil que nous avons utilisé est une DSC de type LABSYS evosys DTA/DSC (FigureII.7).



**Figure II.7 :** Calorimétrie Différentielle à Balayage DSC TA instruments.

L'instrument de DSC, se compose de deux capsules, l'une pour la nacelle renfermant l'échantillon et l'autre pour la nacelle renfermant la référence mise en contact avec les thermocouples dans la cellule.

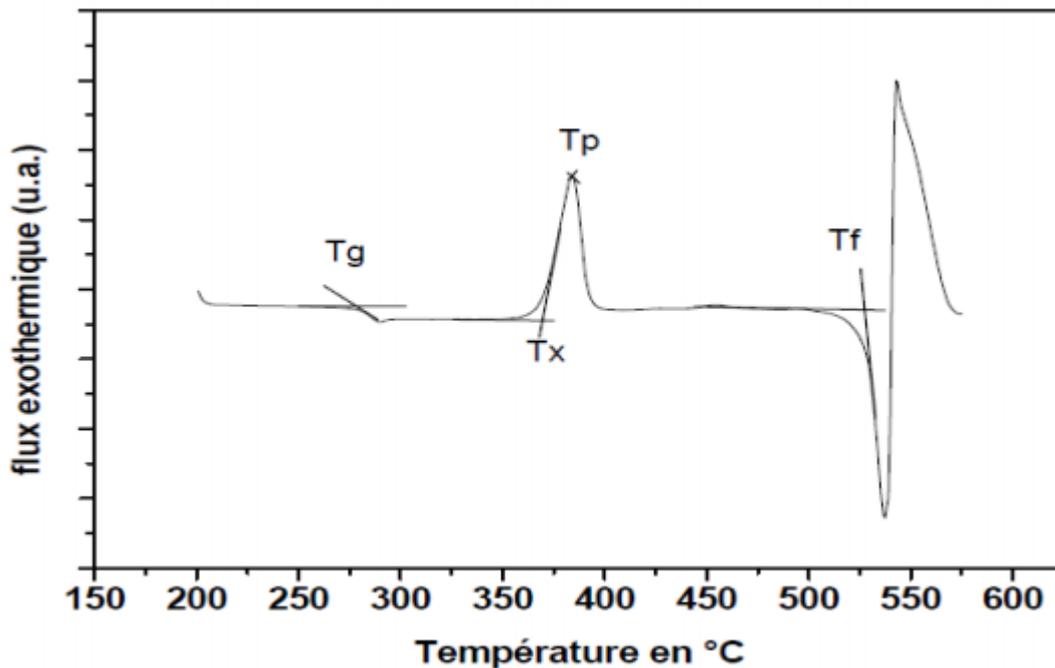


**Figure II.8 :** Schéma d'une cellule DSC.

- **Le principe de fonctionnement de l'appareil :**

Les deux capsules sont chauffées selon un profil analogue avec une vitesse de montée régulière sous une atmosphère contrôlée. Le moindre écart de chaleur détecté entre la référence et l'échantillon est enregistré et neutralisé par un système de compensation de puissance qui permet de maintenir les deux capsules à la même température. Cet écart de chaleur présente l'enthalpie associée à un changement chimique ou physique (accident thermique) que subit l'échantillon. Un flux thermique se traduisant par un dégagement ou absorption de chaleur correspond respectivement à un phénomène exothermique ou endothermique. [1]

La Figure (II-9) présente une courbe DSC d'un échantillon de verre.



**Figure II.9 :** Courbe DSC caractéristique d'un verre de composition 40Sb<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-60MoO<sub>3</sub> [2].

Dans un premier temps l'échantillon ne subit aucune transformation en absorbant la chaleur du four de façon continue (fonction de son Cp), de même que la référence. Comme il n'y a aucun flux thermique, le thermogramme présente un palier appelé ligne de base. A une certaine température, le verre atteint la température de transition vitreuse Tg, traduite par un phénomène endothermique ce qui signifie que l'échantillon doit absorber la chaleur. On enregistre donc sur le thermogramme une déviation par rapport à la ligne de base sur un palier plus bas que celui de départ et le verre se trouve dans un état mou ou la mobilité atomique

devient importante et les atomes constituant le verre peuvent donc migrer les uns par rapport aux autres. On atteint alors une température pour laquelle le réarrangement cristallin devient possible et le verre se cristallise. On observe alors un pic exothermique caractérisé par deux températures importantes : La température de début de cristallisation  $T_x$  et la température de cristallisation  $T_p$  au sommet du pic. Après le pic de cristallisation, la matière se trouve dans un état solide et le thermogramme se présente en un palier correspondant au  $C_p$  de l'état cristallisé. L'augmentation de température conduite à la fusion de l'échantillon qui se manifeste par un pic endothermique, car cette fusion nécessite une absorption de chaleur. On définit alors la température de fusion  $T_f$  au début de ce pic de fusion.[3]

### **II.1.5.2 La Spectroscopie infrarouge :**

La spectroscopie Infrarouge à transformée de Fourier – ou spectroscopie IRTF (FTIR en anglais) – est une technique d'analyse permettant d'obtenir le spectre d'absorption d'un échantillon solide, liquide ou gazeux. D'un caractère non destructeur, la spectroscopie IRTF mesure la quantité de lumière absorbée ou transmise par un échantillon en fonction de la longueur d'ondes émise par un faisceau infrarouge.

- **Principe de fonctionnement du spectromètre FTIR :**

Dans un spectromètre infrarouge, le faisceau infrarouge provenant de la source IR et dirigé vers l'interféromètre de Michelson qui va moduler chaque longueur d'onde de faisceau à une fréquence différente. Dans l'interféromètre le faisceau lumineux arrive sur la séparatrice. La moitié du faisceau est alors dirigée sur le miroir fixe, le reste passe à travers la séparatrice et est dirigé sur le miroir mobile. Quand les deux faisceaux se recombinent, des interférences destructives ou constructives apparaissent en fonction de la position de miroir mobile. Le faisceau modulé est alors réfléchi de la lame séparatrice vers l'échantillon, où des absorptions interviennent. Le faisceau arrive ensuite sur le détecteur pour être transformé en signal électrique. Le signal de détecteur apparaît un interférogramme (l'interférogramme est la somme de toutes les fréquences du faisceau), c'est-à-dire une signature de l'intensité en fonction de la position de miroir. Cet interférogramme est ensuite converti en un spectre infrarouge par une opération mathématique appelée transformée de Fourier. [4]



**Figure II.11** : L'appareil de FTIR spectromètre Spectrum Two.

Les spectres FTIR d'échantillons de verre ont été enregistrés sur un spectromètre FTIR SPECTRUM TWO de Perkin Elmer. Les spectres FTIR d'échantillons de verre ont été enregistrés sur un spectromètre FTIR Perkin Elmer SPECTRUM TWO en utilisant la technique d'ATR qui permet d'analyser la structure vibrationnelle des échantillons massifs ou sous forme de poudre sans avoir recours à la technique des pastilles de KBr usuellement utilisée. (Figure II.11).

Cet appareil est utilisé pour en analysant les niveaux vibrationnels pour:

- Caractériser de nouveaux produits.
- Identifier les contaminants des produits.
- Vérifier la qualité des matériaux.

❖ **Quelques caractérisations :**

- Gamme spectrale  $8500 - 350\text{cm}^{-1}$
- Précision en longueur d'onde :  $0.01$  à  $3000\text{ cm}^{-1}$ .
- poids 13kg

**II.1.5.3 La spectroscopie (UV-VISIBLE) :**

La spectroscopie UV / VIS est une technique analytique permettant de déterminer les propriétés optiques (transmittance, réflectance et absorbance) des liquides et des solides. Elle peut être utilisée pour caractériser les matériaux semi-conducteurs, les revêtements, le verre et de nombreux autres matériaux de recherche et de fabrication. Lorsque un verre est soumis à un rayonnement UV-VIS, l'énergie correspondante pourra provoquer des transitions électroniques entre différents niveaux énergétiques. La limite d'absorption correspond donc au seuil à partir duquel tout rayonnement est absorbé.

L'énergie de la plus petite longueur d'onde que le verre transmet correspond au gap d'énergie entre la bande de conduction et la bande de valence de la matrice vitreuse. Pour de plus petites longueurs d'onde, l'énergie de la radiation sera plus importante et on aura absorption par transition entre ces deux bandes donc le verre n'est alors plus transparent.[5]



**Figure II.12 :** L'appareil Perkin Elmer UV/VIS spectromètre (lambda35).

Les mesures dans le domaine UV-Visible ont été effectuées à l'aide d'un spectromètre de type lambda35 de Perkin Elmer qui fonctionne dans la gamme spectrale [200-1100nm] (figure II.12).

#### **II.1.5.4 Mesure de photoluminescence :**

La photoluminescence est une technique optique permettant de caractériser surtout la luminescence des matériaux semi-conducteurs et les isolants dopés par les métaux de transition ou les terres rares. Son principe de fonctionnement est simple : on excite les niveaux énergétiques des électrons de la substance étudiée à l'aide d'un rayonnement (généralement monochromatique) et l'on détecte la lumière émise par cette dernière. Dans le cas des terres rares par exemple l'énergie du rayonnement doit être égale à un niveau d'absorption de la terre rare et dans le cas d'un semi-conducteur l'énergie du rayonnement doit être supérieure à l'énergie de la bande interdite (le gap). Les électrons situés dans les niveaux excités vont se désexciter en émettant de la lumière dont l'énergie correspond à la transition optique relative aux niveaux électroniques impliqués.

La Figure II.13 montre la photo du spectrofluorimètre de type FluoroMax®-4.



**Figure II.13 :** Photo du spectrofluorimètre FluoroMax®-4 de la marque HORIBA.

La lumière produite à partir d'une lampe à arc au xénon a été concentrée sur l'échantillon a construit dans monochromateur d'excitation. La lumière émise par l'échantillon passe par monochromateur d'émission intégrée. Et après, l'intensité est enregistrée par un tube multiplicateur intégré PMT. Les fentes du monochromateur peuvent être ajustées en fonction du type d'expériences réalisées. Un filtre est placé devant le détecteur pour empêcher la lumière de la lampe d'entrer. Sinon, une lumière de second ordre fausserait les spectres. Enfin, le

spectrofluoromètre est connecté à un ordinateur doté de son propre logiciel qui donne l'intensité de sortie en intégrant la valeur enregistrée par le PMT sur une période donnée. Le temps d'intégration a été varié manuellement. Les données sont exportées et analysées à l'aide du logiciel d'origine. [6]. La source d'excitation est une lampe au xénon de 450 W qui permet des excitations en continu de 200 nm à 850 nm pour des émissions détectées de 300 à 1200 nm et les mesures de la durée de vie de quelques  $\mu\text{s}$  jusqu'à 10ms.

#### **II.1.5.5 Mesure de densité :**

La densité est le rapport de la masse d'un corps à son volume La densité ne se mesure pas directement, elle est obtenue indirectement par une mesure de masse volumique. La méthode de mesure la plus courante est la technique de poussée d'Archimède, basée sur le principe d'Archimède : un corps immergé dans un liquide présente une perte de masse apparente égale au poids du liquide déplacé.

La masse volumique  $\rho$  des verres a été mesurée en utilisant la méthode de la poussée d'Archimède dans un solvant, ici, de l'eau distillée. Cette méthode consiste à peser l'échantillon dans l'air ( $m_{\text{air}}$ ) puis dans le solvant ( $m_{\text{eau}}$ ) de masse volumique connue ( $\rho_{\text{eau}}$ ). La masse volumique du matériau est alors calculée comme suit :  $\rho = (m_{\text{air}} / (m_{\text{air}} - m_{\text{eau}})) \times \rho_{\text{eau}}$  [7] .

La figure II.14 montre la balance utilisée pour ces mesures.



**Figure II.14** : La balance de densité de type OHAUS.

La masse volumique d'un matériau quelconque est définie par sa masse par unité de volume.

La dimension de cette grandeur est exprimée en g/cm<sup>3</sup>. [7 ;8]

$$\rho = m/V$$

**m** : la masse exprimée en g.

**V** : le volume exprimé en cm<sup>3</sup>.

**$\rho$**  : la densité ou masse volumique (g/cm<sup>3</sup>).

Le volume molaire qui contient juste une mole d'ions du verre, a la dimension d'un volume et s'obtient par la relation suivante :

$$V_M = M/\rho$$

**M** : masse molaire de verre.

**$\rho$**  : Densité du verre.

## ***Bibliographiques :***

- [1] M. Baazouzi, thèse de doctorat de l'université de Biskra, (2014).
- [2] M. T. Soltani, thèse de doctorat de l'université de Biskra, (2005).
- [3] H. Guezzoun, Mémoire de magister de l'université de Biskra (2012).
- [4] k .Ouannes , thèse de doctorat de l'université de Biskra.
- [5] C. Svensson, Acta Crystallogr. B 30 (1974) 458–461.
- [6] B.Tioua, thèse de doctorat de l'université de Biskra, (2019).
- [7] A. Boulegroun thèse de doctorat de l'université de biskra.
- [8] F.A. Cotton, G.Wilkinson, C.A.Murillo, M. Bochman, Advanced Inorganic Chemistry, John Wiley Sons, 1999.

---

# CHAPITRE III

Résultats et discussions

---

## Introduction :

Ce chapitre concerne l'étude d'un verre ternaire dopé par des ions de dysprosium  $Dy^{3+}$ . Nous avons choisi pour cela, un oxyde jouant le rôle d'un formateur tel que l'oxyde d'antimoine, un oxyde modificateur  $Na_2O$  et un oxyde intermédiaire ( $ZnO$ ,  $MoO_3$ ,  $PbO$  ou  $WO_3$ ). Les verres contenant  $ZnO$  ou  $MoO_3$  n'ont pu être étudiés puisque on n'a pas arrivé à obtenir des verres transparents sans cristallisation. Les échantillons ont été soumis à des mesures physiques variées. Nous présenterons d'abord les températures caractéristiques qui peuvent nous renseigner sur la stabilité des verres, les mesures optiques de transmission dans le domaine UV-Vis et la spectroscopie vibrationnelle en infrarouge FTIR.

Le verre luminescent dopé aux terres rares est un matériau attrayant utilisé dans de nombreux domaines tels que le laser, la communication optique, l'affichage et l'éclairage. A l'encontre des matériaux cristallins, le verre possède de divers avantages, notamment une uniformité luminescente élevée et une stabilité thermique, un dopage à haute concentration facile à réaliser, un processus de préparation simple et un faible coût de production. [1,2]

### III.1 Rappel sur les Laser :

Les lettres L.A.S.E.R constituent l'acronyme en anglais de Light Amplification by Stimulated Emission of Radiation, qui a pour signification : Amplification de la Lumière par Emission Stimulée de Rayonnement. [3]

Les lasers sont des sources de lumière particulière, émettant une seule longueur d'onde dans une seule direction avec une très grande quantité de photons on parle de lumière cohérente. La propagation des photons dans la matière vivante est soumise aux principes optiques fondamentaux : réflexion, diffusion et absorption par différentes molécules de la matière. [4]

Un laser opérationnel est un oscillateur optique qui comporte trois éléments : [5]

1. un milieu actif amplificateur (gaz, liquide ou solide).
2. une cavité résonante (de type Fabry-perot).
3. un système de pompage permettant de réaliser une inversion de population au sein du milieu actif (excitation extérieure demandant beaucoup d'énergie : excitation électrique ou radiative).

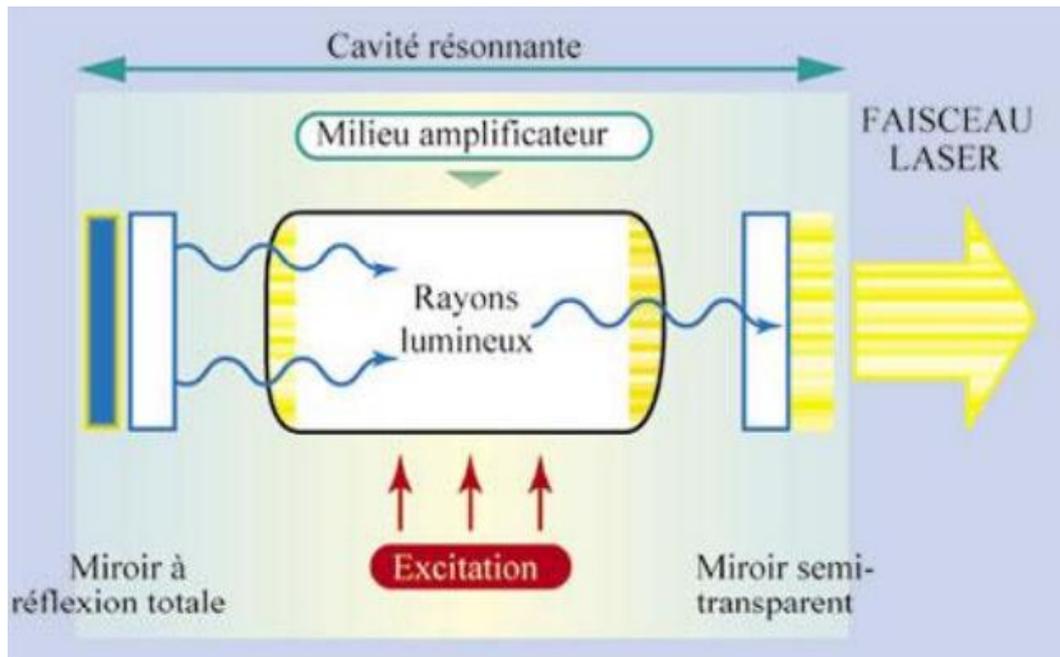


Figure III.1 : Principe de fonctionnement d'un laser [4].

### III.1.1 Interaction du rayonnement avec les ions terres rares :

L'interaction des ions terres-rares avec un rayonnement électromagnétique va provoquer des transitions entre les différents niveaux de l'ion suivant plusieurs mécanismes. Certaines transitions sont à l'origine du processus d'amplification.

#### Absorption :

En présence d'un champ électromagnétique, un ion de terre rare peut effectuer une transition d'un état fondamental  $E_1$  vers un état excité d'énergie  $E_2$ .

#### Emission stimulée :

L'onde électromagnétique incidente peut provoquer la désexcitation d'un électron dans l'état  $E_2$  par émission d'un photon qui a les mêmes caractéristiques que le photon incident. L'émission stimulée agit comme une duplication de la lumière. Elle nécessite une inversion de population entre les niveaux  $E_2$  et  $E_1$  pour se produire.

#### Emission spontanée :

Dans ce processus, l'atome transite spontanément du niveau excité  $E_2$  vers un état de moindre énergie  $E_1$  en émettant un photon d'énergie  $h\nu_{21}$ .

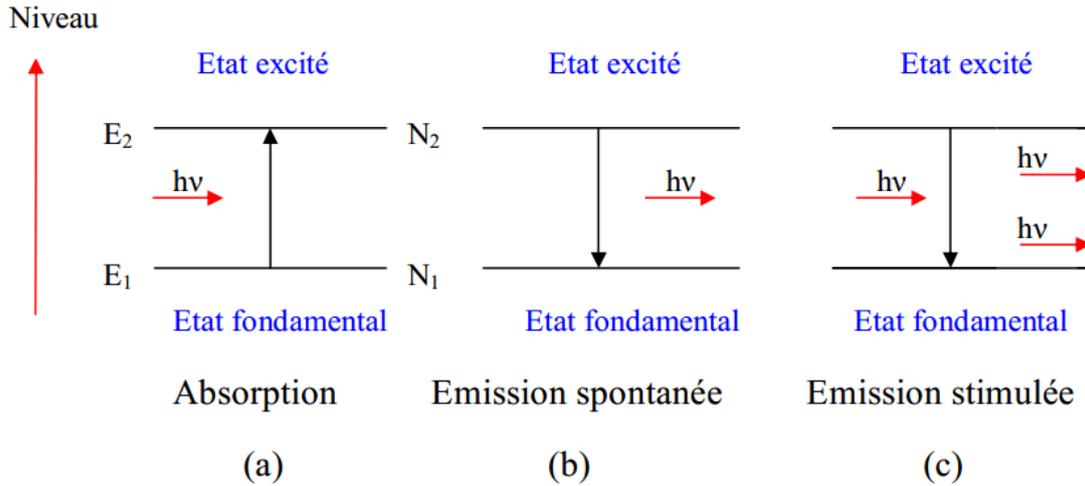


Figure III.2 : illustration des processus pour le fonctionnement du laser [4].

### La durée de vie :

La durée de vie de l'état excité est la durée moyenne pendant laquelle les atomes restent dans l'état excité. La durée de vie est inversement proportionnelle à la probabilité par unité de temps pour un ion de quitter l'état excité par une transition radiative et/ou non radiative.

### III.2 Résultats et discussions :

Nous avons étudiés en particulier les deux systèmes ternaires  $\text{Sb}_2\text{O}_3\text{-Na}_2\text{O-PbO}$  et  $\text{Sb}_2\text{O}_3\text{-Na}_2\text{O-WO}_3$  dopés au dysprosium. Respectivement ont les acronymes SNP et SNW.

#### III.2.1 Le dysprosium :

C'est un métal argenté faisant partie du groupe des lanthanides. Il est relativement stable dans l'air, réagit violemment à l'eau et se dissout dans les acides [6]. Le tableau ci-dessous montre certain des propriétés du dysprosium.

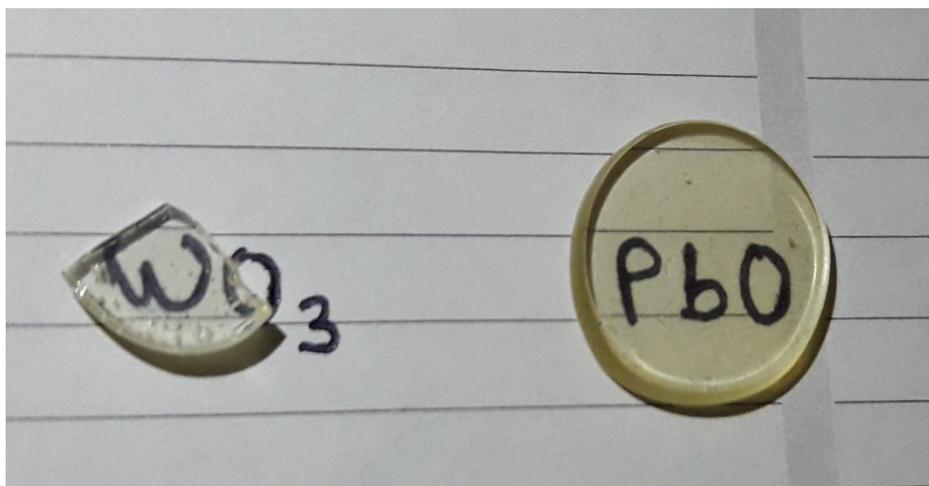
Tableau III.1 : quelques Caractéristiques de dysprosium [6].

Caractéristiques	Elément (Dy)
Numéro atomique	66
Poids atomique	162.5
Point de fusion	1407
Structure électronique	$[\text{Xe}] 4f^{10} 5d^0 6s^2$

### III.2.2 Préparation des échantillons :

Nous avons élaboré des échantillons de verre dans le système (70Sb<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-20Na<sub>2</sub>O-10PbO-0.5Dy<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) ;(70Sb<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-20Na<sub>2</sub>O-10WO<sub>3</sub>-0.5Dy<sub>2</sub>O<sub>3</sub>). Ces verres ont été synthétisés par la technique classique de fusion –coulée dans des creusets en tubes de verre sodocalcique .Ces derniers sont déformés après l’élaboration et donc, ils sont jetés après chaque usage.

La figure III.3 présente les échantillons de verres obtenus.



**Figure III.3 :** Photographie des échantillons du système SNW et SNP.

### III.3 Analyse thermique (DSC) :

Les températures caractéristiques des échantillons ont été mesurées par analyse calorimétrique différentielle à balayage DSC. Les mesures sont réalisées entre la température ambiante et 500°C avec une vitesse de montée en température de 10°C/min sous atmosphère neutre d’argon. L’incertitude absolue sur la mesure est estimée à moins de  $\pm 2^\circ\text{C}$  pour Tg et Tx, et  $\pm 1^\circ\text{C}$  pour Tp. Les échantillons vitreux sont broyés en poudre, puis introduits dans une capsule en aluminium qui sera scellée pour éviter toute contamination de la cellule du calorimètre par un dégagement gazeux.

Les températures caractéristiques de verre étudié sont présentées dans le tableau III.2.

**Tableau III.2** : Températures caractéristiques des verres étudiés.

Verre	Sb <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Na <sub>2</sub> O	WO <sub>3</sub>	PbO	T <sub>g</sub>	T <sub>x</sub>	T <sub>p</sub>	T <sub>x</sub> -T <sub>g</sub>	Densité
	% Molaire				°C				g/cm <sup>3</sup>
SNW	70	20	10		320	424	470	122	5.35
SNP	70	20		10	265	369	389	103	5.45

- **T<sub>g</sub>** : température de transition vitreuse.
- **T<sub>x</sub>** : température de début de cristallisation.
- **T<sub>p</sub>** : température au sommet du pic de cristallisation.
- **T<sub>x</sub>-T<sub>g</sub>** : facteur de stabilité thermique.

✚ Les résultats qui ressortent du tableau sont :

- la température de transition vitreuse (T<sub>g</sub>) de SNW est grande par rapport à celle de SNP parce que la liaison W-O plus forte que la liaison Pb-O.
- le facteur de stabilité de nos verres est supérieure à 100 ( $\Delta T > 100$ ) ce qui explique une grande stabilité de ces derniers, de plus, on trouve que  $\Delta T_{SNW} > \Delta T_{SNP}$ .
- Par contre la densité de SNP plus grande que SNW. L'ion Pb est volumineux et à une masse molaire supérieure à celle de Sb et W, son addition rend le verre plus dense.

### III.4 Analyse optique :

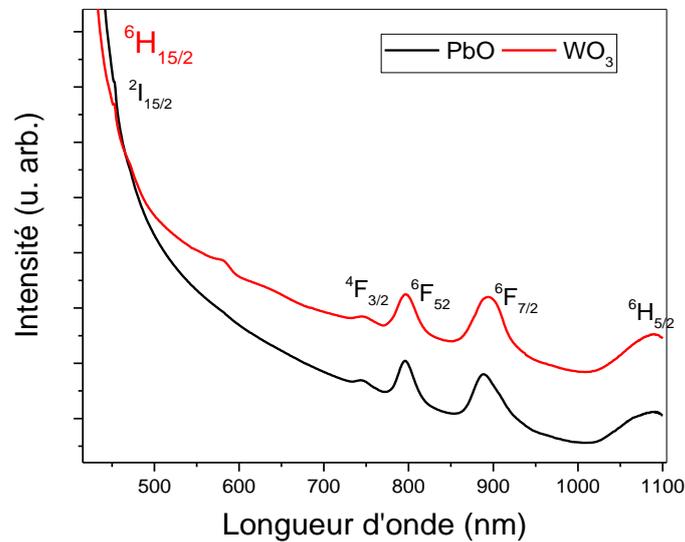
#### III.4.1 Spectroscopie d'absorption UV-Visible :

Les mesures ont été effectuées à partir de spectroscopie UV-Vis à température ambiante à l'aide d'un appareil d'UV-Vis, dans l'intervalle [200nm-1100nm] sur des échantillons de verre d'une épaisseur de 1 à 3 mm sur la face parallèle des échantillons de verre. La figure (III.4) représente les spectres d'absorption UV-Visible des différents échantillons.

A travers le spectre d'absorption on distingue cinq bandes. Elles sont issues des transitions électroniques du niveau fondamentales <sup>6</sup>H<sub>15/2</sub> vers les niveaux (<sup>2</sup>I<sub>15/2</sub>, <sup>4</sup>F<sub>3/2</sub>, <sup>4</sup>F<sub>5/2</sub>, <sup>4</sup>F<sub>7/2</sub> et <sup>6</sup>H<sub>15/2</sub>) qui se situent aux longueurs d'ondes 450, 750, 795, 885 et 1090 nm. (Tableau III.3).

**Tableau III.3** : Les transitions et longueurs d'onde du spectre d'absorption des systèmes SNW et SNP dopés aux Dy<sup>+3</sup>.

Longueur d'onde (nm)	Les transitions	Références
450	${}^6H_{15/2} \rightarrow {}^2I_{15/2}$	[8]
750	${}^6H_{15/2} \rightarrow {}^4F_{3/2}$	[8]
795	${}^6H_{15/2} \rightarrow {}^6F_{5/2}$	[7]
885	${}^6H_{15/2} \rightarrow {}^6F_{7/2}$	[7]
1090	${}^6H_{15/2} \rightarrow {}^6H_{5/2}$	[7]



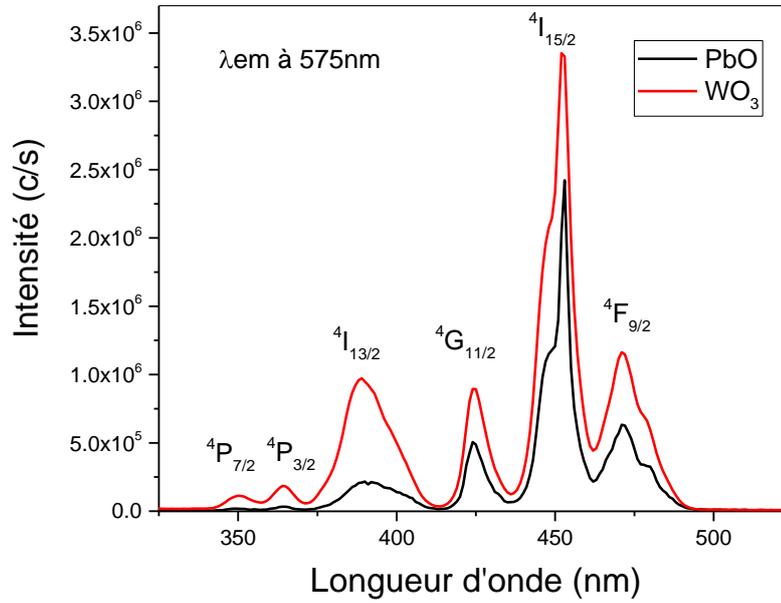
**Figure III.4** : Spectre d'absorption des systèmes SNW et SNP dopés aux Dy<sup>+3</sup>.

### III.4.2 Résultats de Luminescence :

Les spectres de luminescence ont été enregistrés avec un spectrofluoromètre à haute résolution (FluoroMax 4, Horiba Jobin-Yvon) à température ambiante dans l'intervalle [200nm-900nm] sur des échantillons de verre d'une épaisseur de 1 à 3 mm sur la face parallèle des échantillons vitreux, les figure (III.5) (III.7) respectivement montrent les spectres d'excitation et d'émission de l'ion Dy<sup>3+</sup> dans les verres SNP et SNW.

❖ Spectre d'excitation :

Les Spectres d'excitation pour  $\lambda_{em}=575nm$ , ont été réalisés entre [300nm -550nm].

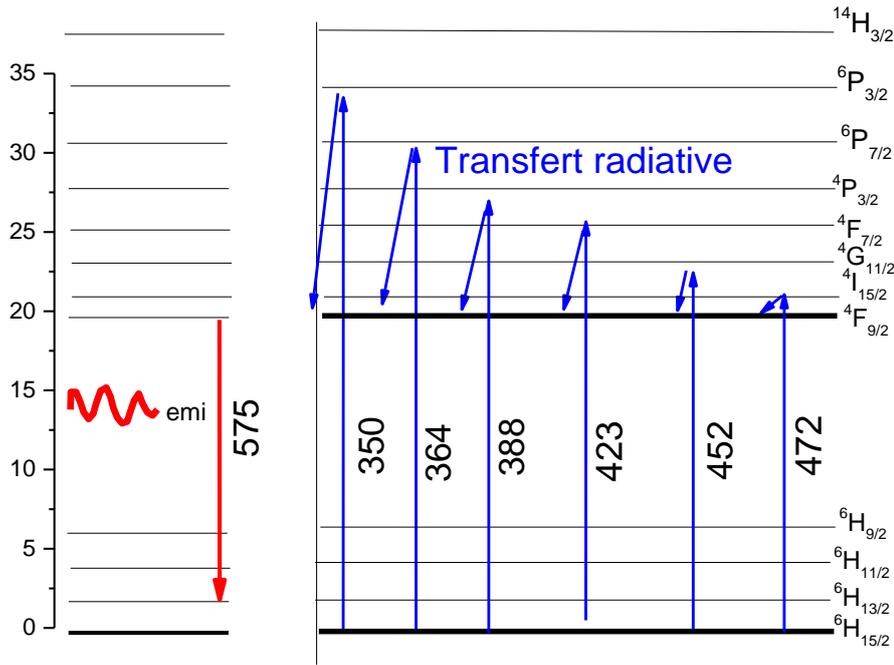


**Figure III.6 :** Spectre d'excitation pour une émission à 575nm.

A travers le spectre d'excitation on distingue sept (7) transitions pouvant donner à l'émission à 575nm à partir du niveau fondamental  ${}^6\text{H}_{15/2}$  vers les niveaux, qui sont mentionné dans le tableau III.4.

**Tableau III.4 :** Les transitions et longueurs d'onde du spectre d'excitation des systèmes SNW et SNP dopés aux  $\text{Dy}^{+3}$ .

Longueur d'onde (nm)	Les transitions	Références
350	${}^6\text{H}_{15/2} \rightarrow {}^4\text{P}_{3/2}$	[9]
364	${}^6\text{H}_{15/2} \rightarrow {}^4\text{P}_{3/2}$	[9]
388	${}^6\text{H}_{15/2} \rightarrow {}^4\text{P}_{3/2}$	[7]
425	${}^6\text{H}_{15/2} \rightarrow {}^4\text{F}_{7/2}$	[7]
450	${}^6\text{H}_{15/2} \rightarrow {}^4\text{G}_{11/2}$	[7]
470	${}^6\text{H}_{15/2} \rightarrow {}^4\text{I}_{15/2}$	[7]



**Figure III.6 :** Processus d'excitation de l'ion  $Dy^{+3}$  dans les verres SNP et SNW pour l'émission à  $\lambda_{em}=575nm$ .

Le choix de la longueur d'onde d'excitation a été fait sur l'excitation à 450nm du niveau  $4I_{15/2}$  qui possède l'intensité la plus élevée. Le processus radiatif pour l'obtention de l'émission à 575 pour un intervalle d'excitation [300 à 500 nm] peut être expliqué en utilisant le diagramme énergétique de l'ion  $Dy^{3+}$  schématisé dans la figure III.7 comme suit :

- 1- L'excitation à 388 nm donne lieu à l'émission de longueur d'onde 575 nm après un transfert non radiative du niveau  $4P_{3/2}$  vers  $4F_{9/2}$  pour donner la transition radiative  $4F_{9/2} \rightarrow 6H_{15/2}$ .
- 2- L'excitation à 425 nm : après un transfert non radiative du niveau  $4F_{7/2}$  vers  $4F_{9/2}$  pour donner la transition radiative  $4F_{9/2} \rightarrow 6H_{15/2}$ .
- 3- L'excitation à 450 nm : après un transfert non radiative du niveau  $4G_{11/2}$  vers  $4F_{9/2}$  pour donner la transition radiative  $4F_{9/2} \rightarrow 6H_{15/2}$ .
- 4- L'excitation à 470 nm : après un transfert non radiative du niveau  $4I_{15/2}$  vers  $4F_{9/2}$  pour donner la transition radiative  $4F_{9/2} \rightarrow 6H_{15/2}$ .
- 5- L'excitation à 525 nm : sans aucune transition radiative, elle donnera lieu à l'émission.

❖ Spectres d'émissions :

Les spectres d'émission sont obtenus en utilisant la longueur d'onde d'excitation à 450nm et ont été réalisés dans la gamme spectrale [450-850nm].

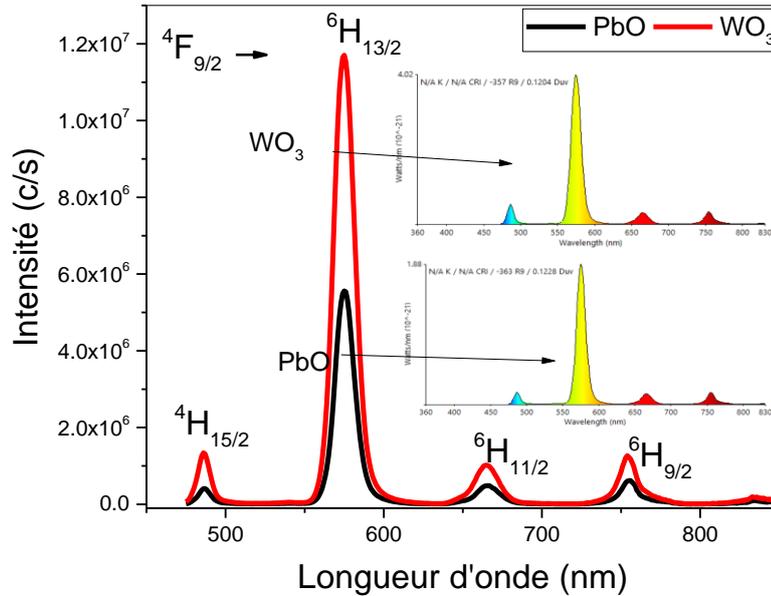


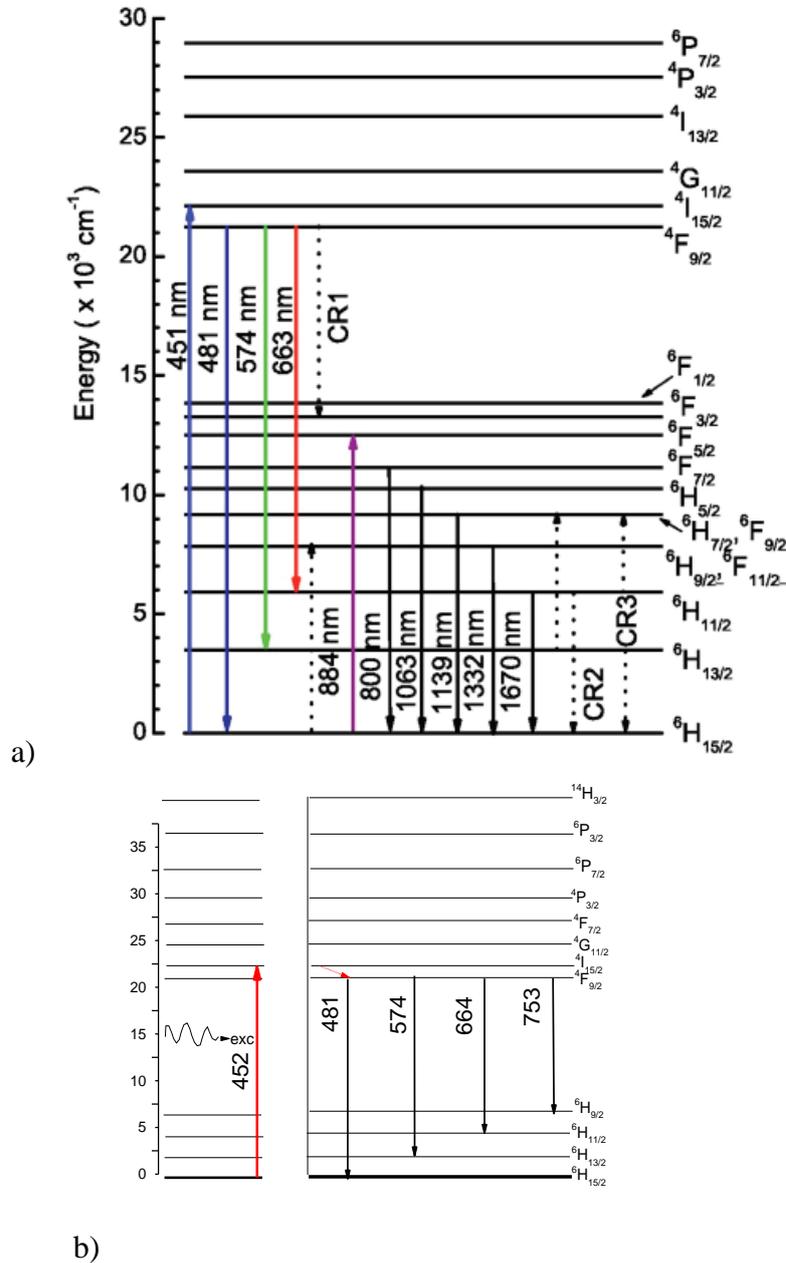
Figure III.7 : Spectre d'émission

Les spectres d'émission des deux verres sont semblables, ou l'on distingue quatre bandes d'émission qui sont attribuées aux transitions radiatives des niveaux  $4F_{9/2} \rightarrow ({}^6H_{15/2}, {}^6H_{13/2}, {}^6H_{11/2} \text{ et } {}^6H_{9/2})$ . (Tableau III.5).

Tableau III.5 : Longueurs d'onde des émissions et leurs assignement pour une excitation à 450nm des verres SNW et SNP dopés aux ions  $Dy^{+3}$ .

Longueur d'onde	Les transitions	Références
487	$4F_{9/2} \rightarrow {}^6H_{15/2}$	[10]
575	$4F_{9/2} \rightarrow {}^6H_{13/2}$	[7]
662	$4F_{9/2} \rightarrow {}^6H_{11/2}$	[7]
753	$4F_{9/2} \rightarrow {}^6H_{9/2}$	[7]

Le processus d'émissions pour une excitation à 452 nm est très bien illustré dans le diagramme énergétique de l'ion  $Dy^{3+}$  dans les verres SNP et SNW de la figure III.8. Il est pratiquement similaire à celui du diagramme énergétique de la référence [9].



**Figure III.8 :** a- Diagramme partiel d'énergie de l'ion  $Dy^{+3}$  [9] et b) du système (SNP, SNW) pour  $\lambda_{ex}=450\text{nm}$  et pour les émissions dans le visible.

Le processus est décrit comme suit :

Après une excitation à 452nm qui correspond à l'excitation du niveau  ${}^4I_{15/2}$ , il y a :

1. Premièrement une transition non radiative vers le niveau  ${}^4F_{9/2}$ .
2. Transition radiative  ${}^4F_{9/2} \rightarrow {}^6H_{15/2}$  donnant l'émissions à 487nm.
3. Transition radiative  ${}^4F_{9/2} \rightarrow {}^6H_{13/2}$  donnant l'émissions à 575nm.
4. Transition radiative  ${}^4F_{9/2} \rightarrow {}^6H_{11/2}$  donnant l'émissions à 662nm.
5. Transition radiative  ${}^4F_{9/2} \rightarrow {}^6H_{9/2}$  donnant l'émission à 753nm.

### III.4.3 Le processus 'd'Up-Conversion' :

#### ❖ Rappel du processus d'Up-Conversion :

L'absorption d'un second photon à partir d'un état excité, plus couramment nommée processus de 'Up-Conversion', est un phénomène non linéaire en fonction de l'intensité émise [11].

Les effets positifs de l'AEE sont le dépeuplement du niveau terminal dans le cas d'une transition radiative « self-terminating » [12] et l'excitation de niveaux d'énergie supérieure à celle de la pompe [13]. Ce processus permet de réaliser des lasers à Up-Conversion.

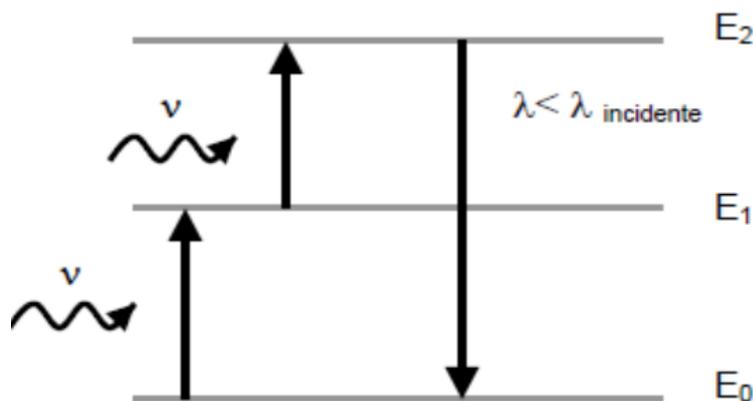
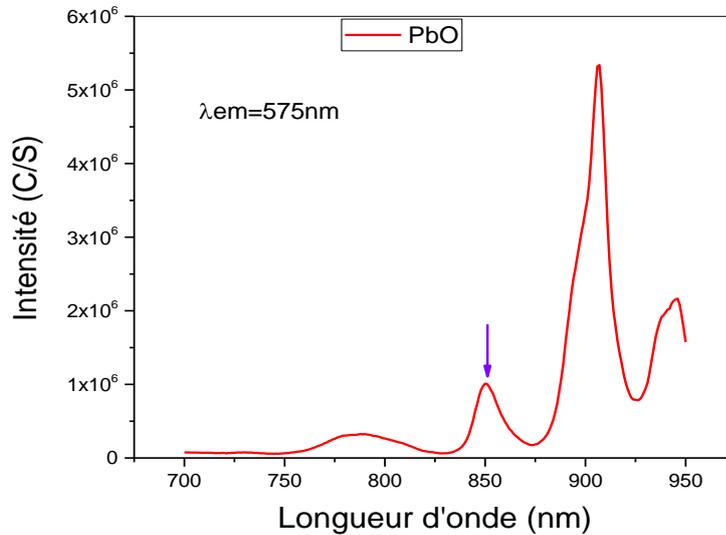


Figure III. 9 : Principe de l'absorption dans l'état excité (AEE) [9].

❖ Spectre d'excitation en Up-Conversion.

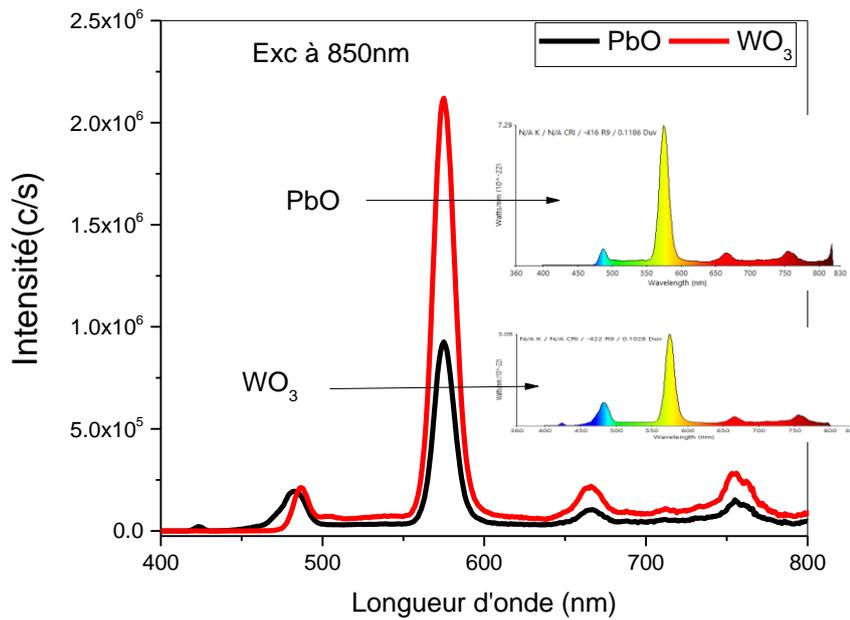


**Figure III.10 :** Spectre d'excitation en Up-Conversion pour  $\lambda_{em}=575\text{nm}$ .

Dans cette partie de travail on a essayé de chercher la meilleure longueur d'onde d'excitation pour réaliser des émissions en Up-Conversion. On a fixé la longueur d'onde d'émission à  $\lambda_{em}=575\text{nm}$  et on réalise le balayage entre [700nm-1000nm] pour trouver la meilleure longueur d'onde d'excitation. Sur la courbe de la figure III.10, on voit que l'on peut avoir l'émission en Up-Conversion en excitant soit à 788 ou 850 ou 907 (qui est la plus intense) ou 947 nm. La longueur d'onde la plus intense (à 907 nm) n'a pas donné lieu à l'Up-Conversion. Peut-être elle se trouve dans limite de correction du spectrophotomètre. Le choix s'est fait sur la longueur d'onde à 850 nm qui a donné un spectre d'émission en Up-Conversion très intense.

❖ Spectre d'émission en Up-Conversion.

Sur la figure III.11, on présente les spectres d'émission en Up conversion des verres SNP et SNW. On remarque que l'intensité de l'émission jaune (575 nm) est très intense ( $2.3 \times 10^6$  c/s) pour le verre SNW et  $8.5 \times 10^5$  c/s pour le verre SNP. Le rapport entre l'émission à 575 nm en down conversion et celle en Up-Conversion vaut : 20% pour le verre SNW et 17% pour le verre SNP.



**Figure III.11 :** Spectre d'émission en Up-Conversion des verres SNP et SNW pour  $\lambda_{exc}=850nm$ .

### III.4.4 La durée de vie :

Les durées de vie sont extraites des courbes de déclin de fluorescence de l'émission la plus intense à 575 nm. Les courbes sont parfaitement exponentielles (Figure III.12 a et b). Ils sont enregistrés en utilisant le fluoromètre Fluoromax 4p pour une excitation à 450 nm. Les durée de vie de l'état excité donnant l'émission est extrait de la fonction exponentielle du déclin de fluorescence en effectuant le fit exponentielle d'ordre 1. Un exemple de calcul est montré sur la figure (III.13). Les fit sont calculés avec un facteur de corrélation  $R=0.9998$  et une erreur de la durée de vie à  $2.33 \cdot 10^{-4}$  ms. Ce qui montre que le fit est parfaitement exponentiel de premier ordre. Les données des durées de vie des verres SNW et SNP sont regroupés dans le tableau III.6.

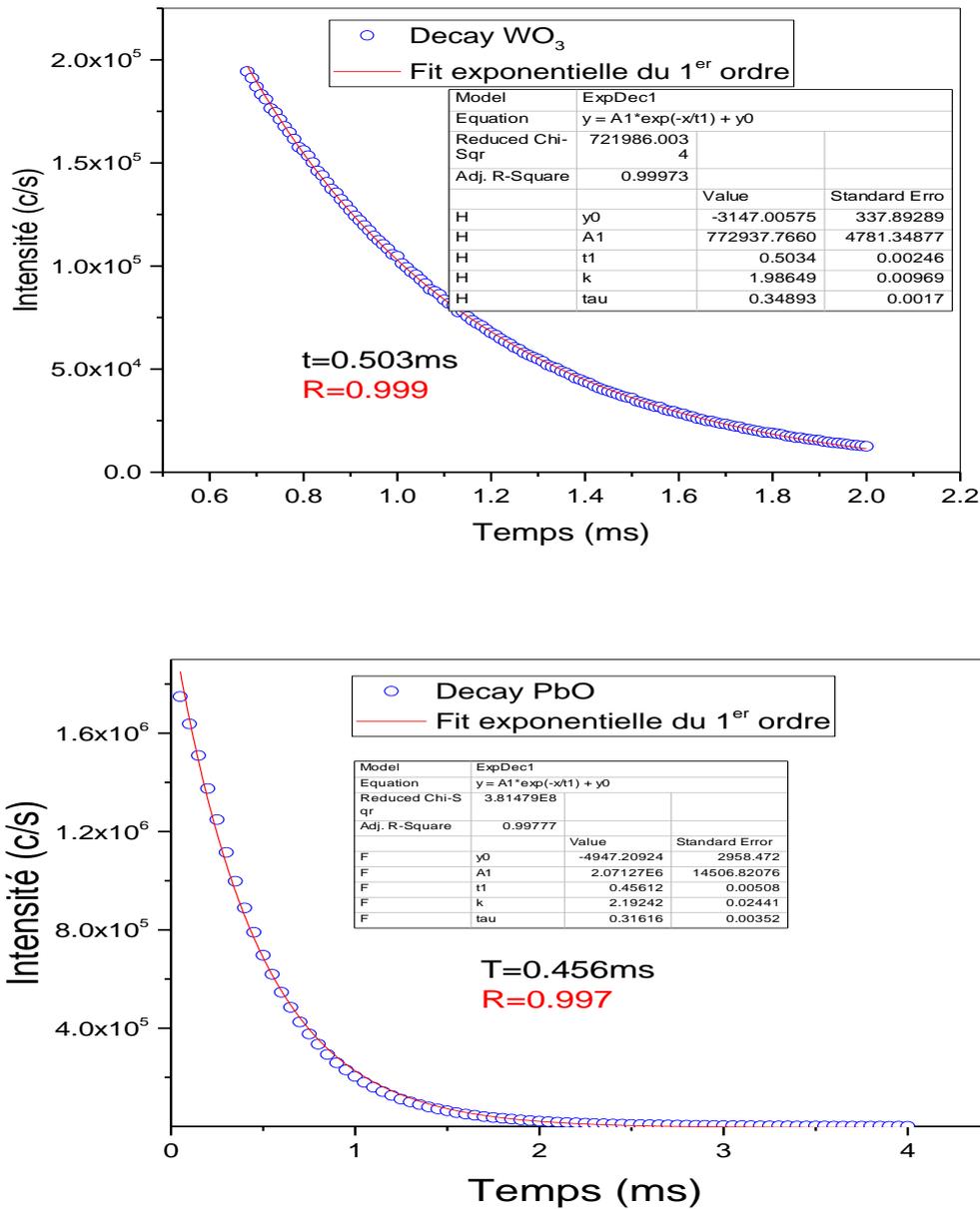


Figure III.12 : Déclin de fluorescence et détermination de la durée de vie en fonction de temps de l'émission à 575nm. a) Verre SNW, b) Verre SNP.

Tableau III.6 : Les valeurs de durée des verres étudiés et quelques échantillons références.

Système vitreux (avec 0.5Dy)	Durée de vie	Références
70Sb <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -20Na <sub>2</sub> O-10PbO	0.456	Ce mémoire
70Sb <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -20Na <sub>2</sub> O-10WO <sub>3</sub>	0.503	Ce mémoire
50B <sub>2</sub> O <sub>3</sub> - 25CaO - 15Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> - 10CaF <sub>2</sub>	0.80	[14]
70Sb <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -20k <sub>2</sub> O-10PbO	0.433	[7]

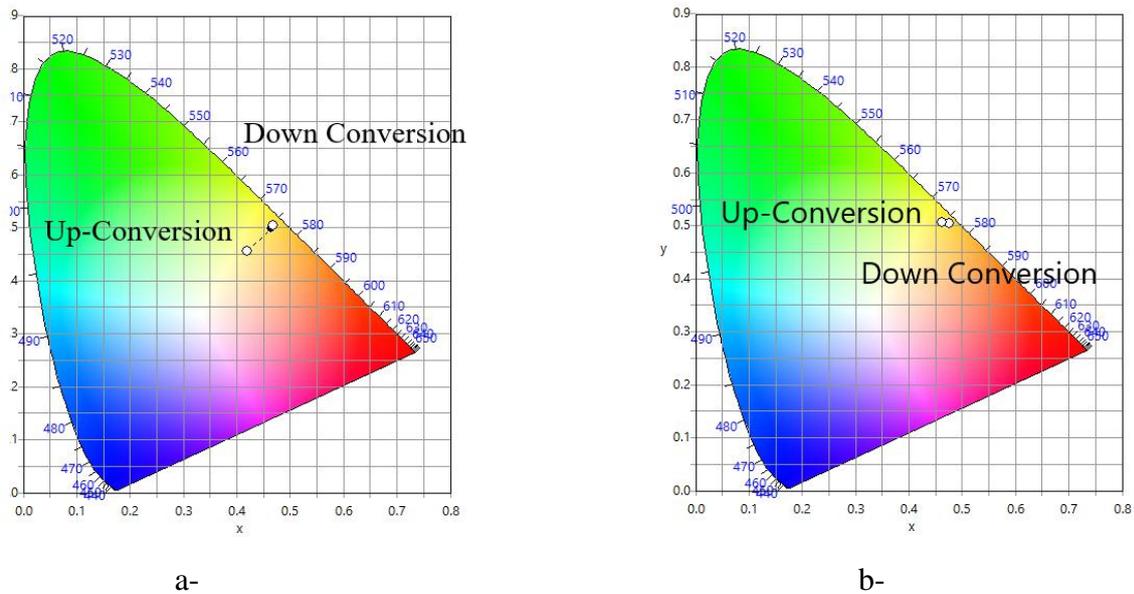
❖ **Coordonnées de chromaticité**

A l'issue des résultats de luminescence trouvé dans ce travail et afin d'identifier la couleur du rayonnement laser obtenu des verres étudiées, nous avons procédé à faire les calculs de chromaticité en utilisant le logiciel Color\_Calculator\_32 délivré par la filiale OSRAM qui permet d'avoir toute les données chromatique du laser. Les données de chromaticité sont illustrés dans le tableau III.7 et la figure III.13.

On remarque que la couleur de l'émission laser des deux verres est située dans la région de la couleur orange pour une excitation down Conversion et elle tend à se glisser vers la couleur de la région blanche entre le vert et l'orange pour les émissions en Up-Conversion. Les résultats obtenus sont très encourageants et ouvrent des perspectives d'application de ces verres très stables thermiquement dans LED et les dispositifs laser dans le visible.

**Tableau III.7 :** Coordonnées de chromaticité CIE des verres a-SNW et b-SNP.

Verre	X	Y
WO3 Down conversion	0.4688	0.5035
WO3 Up-Conversion	0.4200	0.4562
PbO Down conversion	0.4761	0.5046
PbO Up-Conversion	0.4623	0.5068



**Figure III.13 :** Diagramme de chromaticité CIE des verres a-SNW et b-SNP.

## Conclusion

Dans ce mémoire, le travail envisagé était d'élaborer et caractériser des verres d'oxyde d'antimoine avec l'addition de Na<sub>2</sub>O et PbO ou WO<sub>3</sub> comme oxyde modificateur. Ces verres sont préalablement dopés avec 0.5 % de Dy<sub>2</sub>O<sub>3</sub> pour étudier le laser produit que ce soit en Down-Conversion ou en Up-Conversion ainsi de déterminer les durées de vie de l'état excité de Dy<sup>3+</sup> le plus intense qui se situe à 575nm et de visualiser la couleur obtenue du laser pour situer son application dans les matériaux LED.

Plusieurs mesures ont été effectuées sur ces verres. Il s'agit de :

- Mesures de DSC pour déterminer les températures caractéristiques de ces verres qui sont trouvés très stables thermiquement.
- Les mesures de densité par la méthode de la poussée d'Archimède.
- Des mesures de spectroscopie d'absorption pour déterminer les bandes d'absorption liés au Dy<sup>3+</sup>.
- Les mesures de fluorescence d'excitation et d'émission (en Down Conversion et en Up-Conversion) et la détermination de la durée de vie de l'état excité de l'ion Dy<sup>3+</sup> à la longueur d'onde à 575 nm.

Les résultats d'émission ont donné des intensités très fortes surtout à la longueur d'onde à 575 nm que ce soit en down conversion ou en Up-Conversion. La couleur obtenue du laser produit se situe dans la région orange toute proche de la zone blanche entre le jaune et le rouge, tandis-que la couleur du laser en Up-Conversion se trouve dans la région blanche entre le jaune et le rouge et le verre contenant WO<sub>3</sub> est situé beaucoup plus vers la zone blanche centrale.

Les résultats obtenus sont très encourageants et ouvrent des perspectives d'application de ces verres très stables thermiquement dans LED et les dispositifs laser dans le visible.

***Bibliographie***

- [1] H. Lin, T. Hu, Y. Cheng, M.X. Chen, Y.S. Wang, Glass ceramic phosphors: towards long-lifetime high-power white light-emitting-diode applications—a review, *Laser Photon. Rev.* 12 (6) (2018) 1700344.
- [2] X.Y. Sun, D.G. Jiang, S.W. Chen, G.T. Zheng, S.M. Huang, M. Gu, Z.J. Zhang, J. T. Zhao, Eu<sup>3+</sup>-Activated borogermanate scintillating glass with a high Gd<sub>2</sub>O<sub>3</sub> content, *J. Am. Ceram. Soc.* 96 (5) (2013) 1483–1489.
- [3] Jérôme Kasparian, Les lasers de puissance à impulsions ultracourtes. *Futura-Sciences*, 25/2/2008.
- [4] S. BRAMKI, Mémoire de magister de l'université de Constantine ( ).
- [5] J. Roussel, Introduction au Laser, <https://femtophysique.fr/optique/pdf/presentation-laser.pdf>.
- [6] <http://www.goodfellow.com/F/Dysprosium.html>
- [7] karima, Mémoire de master de l'université de Biskra, (2018).
- [8] Valluri Ravi Kumara, b\*, G. Nagarajub, M. Vidya Elizabetha and D. Udaya Keerthia, spectroscopic properties of Dy<sup>3+</sup> ions in PbO-Sb<sub>2</sub>O<sub>3</sub> glasses mixed with MgO/CaO/SrO, (2017)
- [9] P. Yasaka and J. Kaewkhao, The 4th International Conference on Theoretical and Applied Physics (ICTAP) 2014 AIP Conf. Proc. 1719, 020002-1–020002-12.
- A. Ghenimi, B. Hezil, Mémoire de master de l'université de oum boughi, (2017).
- [10] A. Ghenimi, B. Hezil, Mémoire de master de l'université de oum boughi, (2017).
- [11] K. Ouannes, thèse de l'université de Biskra.
- [12] M. T. Soltani, A. Boutarfaia, R. Makhloufi, M. Poulain, *J. Phys. Chem. Solids*, 64(12), 2307 (2003).
- [13] B. Dubois, H. Aomi, J. J. Videau, J. Portier, P. Haggemuller, *Mat. Res. Bull.*, 19, 1317 (1984).
- [14] T.A. Lodi, N.F. Dantas, T.S. Gonçalves, A.S.S. de Camargo, F. Pedrochi and A. Steimacher, Dy<sup>3+</sup> doped calcium borosilicate glasses and Blue Led for smart white light generation, *Journal of Luminescence*, <https://doi.org/10.1016/j.jlumin.2018.11.045>.

## Résumé

L'objectif de ce mémoire repose sur la synthèse par voie classique et l'étude de l'émission laser de  $Dy^{3+}$  dans les verres  $70Sb_2O_3-20Na_2O-10PbO$  (ou  $WO_3$ )- $0.5Dy_2O_3$ .

Ces verres sont caractérisés par la technique de spectroscopie UV-Vis. La luminescence de ces verres est étudiée par les spectres mesurés de l'excitation, l'émission et les mesures de déclin de fluorescence. Le laser produit donne une couleur orange pour une excitation down Conversion et elle tend à se glisser vers la couleur de la région blanche entre le vert et l'orange pour les émissions en Up-Conversion.

**MOTS CLEES** : Verre d'oxyde d'antimoine, Dysprosium, Spectroscopie d'absorption, luminescence, durée de vie.

## Summary

The aim of this dissertation is based on the synthesis by conventional method and the study of the laser emission of  $Dy^{3+}$  in  $70Sb_2O_3-20Na_2O-10PbO$  (or  $WO_3$ )- $0.5Dy_2O_3$  glasses.

These glasses are characterized by the technique of UV-Vis spectroscopy. The luminescence of these glasses is studied by measured spectra of excitation, emission and measurements of fluorescence decay. The laser produced gives an orange color for down conversion excitation and it tends to shift into the color of the white region between green and orange for Up-Conversion emissions.

**KEY WORDS** : Antimony oxide glasses, Dysprosium, absorption spectroscopy, luminescence, lifetime.

## المخلص

يعتمد الهدف من هذه الرسالة على التصنيع الكلاسيكي ودراسة انبعاث الليزر لـ  $Dy^{3+}$  في زجاج .

$70Sb_2O_3-20Na_2O-10PbO$  ( أو  $WO_3$ )- $0.5Dy$

تمت دراسة هذا الزجاج بتقنية التحليل الطيفي للأشعة المرئية و فوق البنفسجية. تم دراسة انبعاث الليزر عن طريق قياس أطيف الإثارة والانبعاث وقياسات طول العمر. يعطي الليزر الناتج لوناً برتقالياً لإثارة التحويل السفلي ويميل إلى التسلسل إلى لون المنطقة البيضاء بين الأخضر والبرتقالي لانبعاثات التحويل الأعلى.

**الكلمات المفتاحية :**

زجاج أكسيد الأنتيموان , ديسبروسيوم, طيف الامتصاص, طيف الفلورة, مدة الحياة.